

N° d'Ordre : 6 (1972)

Référence C.N.R.S. : A07176

THESE

présentée devant l'UNIVERSITE de NANTES

pour obtenir le grade de

DOCTEUR-INGENIEUR

par

Jean-Jacques BARNOIN

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE



**OBSERVATIONS DES CONFIGURATIONS DE DISLOCATIONS
ET MESURE DE L'ENERGIE DE FAUTE D'EMPILEMENT DES CUPROALUMINIUMS:**

Application à l'étude de la tenue de ces alliages à la corrosion sous tension

Soutenue le 20 juin 1972 devant la Commission d'Examen

Melle OFFRET Président

M. GOBIN
M. MENCARELLI } Examineurs

N° d'Ordre : 6 (1972)

Référence C.N.R.S. : A07176

THESE

présentée devant l'UNIVERSITE de NANTES

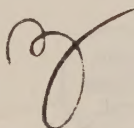
pour obtenir le grade de

DOCTEUR-INGENIEUR

par

Jean-Jacques BARNOIN

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE



**OBSERVATIONS DES CONFIGURATIONS DE DISLOCATIONS
ET MESURE DE L'ENERGIE DE FAUTE D'EMPILEMENT DES CUPROALUMINIUMS:**

Application à l'étude de la tenue de ces alliages à la corrosion sous tension

Soutenue le 20 juin 1972 devant la Commission d'Examen

Melle OFFRET

President

M. GOBIN

M. MENCARELLI

} Examineurs

THESE

DE LA FACULTÉ DE MÉDECINE

PAR M. J. J. J. J.

DOCTEUR EN MÉDECINE

18

LEON-JACQUES BARNIER

DE LA FACULTÉ DE MÉDECINE



DE LA FACULTÉ DE MÉDECINE

DE LA FACULTÉ DE MÉDECINE

DE LA FACULTÉ DE MÉDECINE

DE LA FACULTÉ DE MÉDECINE

UNIVERSITE DE NANTES

Président M. KERNEIS Médecine
Vice-Président M. PETRESCO Mathématiques

LISTE DES ENSEIGNANTS DES DISCIPLINES SCIENTIFIQUES

Professeurs

M. BRILLOUET	Mathématiques
M. PAUC	"
M. PETRESCO	"
M. RAFFIN	"
M. VIVIER (ENSM)	"

M. TARDY (ENSM)	Mécanique
M. RAVILLY (ENSM)	"

M. AVIGNON	Physique
M. BOULLLOUD	"
M. COLLET	"
M. MINN	"
M. MEZERCEV (ENSM)	"
M. MO'JTON	"

M. DUNOYER	Chimie
M. GRAFF	"
M. MARTIN	"
M. PIERI	"
M. QUINIOU	"
M. ROUXEL	"
M. WOJTKOWIAK	"

Melle DEBRAUX	Biologie
M. GARRIGUES	"
Mme LE DOUARIN	"
M. LE DOUARIN	"
M. SELLIER	"

M. CAVET	Sciences de la Terre
----------	----------------------

Professeurs associés

M. BRARD (ENSM)	Mécanique
M. ABKOWITZ (ENSM)	Mécanique

Professeurs sans chaire	M. BARDON	Physique
	M. GOUREAUX	"
	M. LASKAR	"
	Melle OFFRET (EN SM)	"
	M. GOBIN (EN SM)	Chimie
	M. TOURNOUX	"
	M. DUPONT	Biologie
	M. SAUDRAY	"
	M. OTTMANN	Sciences de la Terre
Maîtres de Conférences	M. BETTEN	Mathématiques
	M. FOUQUES	"
	M. GATESOUE	"
	M. GAPAILLARD (Chargé d'enseignement)	"
	M. IBISCH	"
	M. LAMEAU (EN SM)	"
	M. LEBORGNE	"
	M. PHAN-THE-LAI (Chargé d'Enseignement)	"
	M. DUBIGEON (Chargé d'Enseignement EN SM)	Mécanique
	M. GUEVEL (EN SM)	"
	M. SULMONT (EN SM)	"
	M. VILAINE (EN SM)	"
	M. CAILLER (I U T)	Physique
	M. LE BIHAN	"
	M. LE CORRE (I U T)	"
	M. LE MAITRE	"
	M. LONCKE	"
	M. ROSIER	"
	M. THOMAS (Chargé d'Enseignement I U T)	"
	M. BOUCHY (I U T)	Chimie
	M. CHABANEL	"
	M. LE MAITRE (Chargé d'Enseignement I U T)	"
	Mme MARTIN	"
	M. POINTEAU (EN SM)	"
	M. AMOURIQ	Biologie
	M. LEBRUN	"
	Mme NICOLAS-PRATT	"
Maitres de Conférences	M. FORESTIER	Sciences de la Terre
	M. NICOLAS	"

A mon père

A ma mère

A ma femme.

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Physique du Métal de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique de Nantes.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à Mademoiselle S. OFFRET, Directeur du Laboratoire, qui a bien voulu nous accueillir dans son Laboratoire, et accepter la présidence de notre Jury.

Nous remercions également Monsieur GOBIN, Directeur du Laboratoire de Métallurgie à l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique de Nantes, qui a bien voulu participer à la Commission d'Examen.

Que Monsieur MENCARELLI, Chef du Service Métallurgie de l'Etablissement de Constructions et Armes Navales d'Indret, veuille bien accepter nos remerciements pour ses précieux conseils et pour l'honneur qu'il nous a fait de participer à la Commission d'Examen.

Nous remercions encore Monsieur B.J. THOMAS, de l'Institut de Recherche de la Sidérurgie à St Germain en Laye, qui a bien voulu nous faire bénéficier de sa compétence personnelle.

Nous remercions enfin les techniciens, les chercheurs et les élèves qui nous ont aidé à la réalisation de cette étude.

S O M M A I R E

	<u>Pages</u>
<u>Chapitre 1 -</u>	1
1.1 - Introduction	1
1.2 - Structure des Cuproaluminiums	2
1.2.1 - Alliages binaires	2
1.2.2 - Alliages ternaires	4
 <u>Chapitre 2 - TECHNIQUES EXPERIMENTALES</u>	 7
2.1 - Elaboration des alliages	7
2.2 - Préparation des lames minces	8
2.3 - Examen au microscope électronique	9
2.3.1 - Le microscope	9
2.3.2 - Calibrage de la rotation d'image	10
2.4 - Moyens d'analyse des échantillons mis en corrosion	12
2.4.1 - Etude de la perte de poids	12
2.4.2 - Etude des zones corrodées et fissurées	12
 <u>Chapitre 3 - ETUDE DES CONFIGURATIONS DE DISLOCATIONS ET DES PHENOMENES DE PRECIPITATION</u>	 13
3.1 - Introduction : Contraste des dislocations	13
3.1.1 - Dislocations parallèles à la lame	13
3.1.2 - Dislocations inclinées par rapport à la lame	14
3.1.3 - Dislocations imparfaites	14
3.2 - Observations de dislocations	15
3.2.1 - Dislocations parfaites. Empilements	15
3.2.2 - Dislocations imparfaites : dissociation	23
3.3 - Interactions de dislocations et de rubans de dislocations	26
3.3.1 - Création de barrières de LOMER-COTTRELL	26
3.3.2 - Interactions de dislocations	27
3.3.3 - Interactions de rubans de dislocations	41
3.3.4 - Configurations particulières	46
3.4 - Défauts d'empilement	50
3.5 - Observations de dipôles et de dislocations multipôles	57
3.6 - Précipitation.	64

Chapitre 4 - <u>MESURE DE L'ENERGIE DE DEFAUT D'EMPILEMENT</u>	67
4.1 - Mâcles. Défauts d'empilement	67
4.1.1 - Mâcle	68
4.1.2 - Défaut intrinsèque	68
4.1.3 - Défaut extrinsèque	69
4.2 - Génération et élimination des fautes d'empilement	69
4.2.1 - Limites d'un défaut	69
4.2.2 - Génération	71
4.2.3 - Elimination au cours d'un recuit	74
4.3 - Théorie des noeuds triples et des rubans doubles de faute	76
4.3.1 - Géométrie des noeuds et des rubans	76
4.3.2 - Calculs théoriques de l'énergie	79
4.4 - Méthode expérimentale	84
4.4.1 - Orientation de la lame	84
4.4.2 - Détermination des paramètres réels du noeuds	85
4.4.3 - Calculs pratiques de l'énergie	88
4.5 - Résultats	90
4.5.1 - Méthode statistique	90
4.5.2 - Sources d'erreurs	91
4.5.3 - Résultats expérimentaux	91
4.5.4 - Discussion, comparaison	95
Chapitre 5 - <u>CORROSION SOUS TENSION</u>	99
5.1 - Nature de la corrosion sous tension	99
5.1.1 - Aspects généraux	99
5.1.2 - Influence de la composition chimique, du milieu ambiant, de la tension, de l'état et des traitements de surface, et des traitements thermiques	100
5.2 - Aspects physiques de la fissuration	105
5.2.1 - Initiation et nucléation	105
5.2.2 - Propagation	108
5.2.3 - Liaison avec la microstructure	112
5.3 - Présentation des essais	115
5.4 - Résultats	116
5.4.1 - Examen visuel	116
5.4.2 - Perte de poids	117
5.4.3 - Analyse des produits de corrosion	122
5.4.4 - Analyse des constituants en fonction de la pénétration	125
5.4.5 - Examen des zones fissurées	135
Chapitre 6 - <u>CONCLUSIONS GENERALES</u>	141

CHAPITRE 1

1.1 - INTRODUCTION -

Phénomène très complexe et redouté, la corrosion sous tension se manifeste par l'apparition de fissures pouvant entraîner la cassure et la destruction de certaines pièces exposées à un milieu corrosif. Les processus d'attaque et de dissolution étant principalement de nature électrochimique, il est cependant indispensable de faire appel à des notions purement physiques pour expliquer la nucléation et la propagation des fissures.

Le but de notre étude est d'essayer de relier la corrosion sous tension aux paramètres physiques que sont les arrangements de dislocations et l'énergie de défaut d'empilement (qui ne sont évidemment pas les seuls facteurs).

En effet, en tenant compte des liens étroits existant entre la corrosion sous tension et le type d'arrangement de dislocations d'une part, et entre l'énergie de faute d'empilement et la distribution des dislocations d'autre part, on peut penser que la détermination de l'énergie de défaut γ est d'une aide précieuse pour l'étude de la tenue d'un alliage à la corrosion sous tension.

Les cuproaluminiums qui nous servent de support à cette étude ont été découverts en 1860 par SAINTE CLAIRE DEVILLE. Ils ont une utilisation relativement récente. L'addition de certains éléments leur confèrent de bonnes caractéristiques mécaniques, alliées à une excellente tenue à la corrosion en atmosphère marine, où ils trouvent un champ d'application idéal.

Nous avons élaboré, à partir de métaux relativement purs, diverses nuances d'alliages binaires et d'alliages ternaires alliés soit au fer, soit au manganèse, soit au nickel.

Après un rappel des structures des CuAl et un exposé des techniques expérimentales employées, nous nous attacherons dans un premier temps à expliquer les diverses configurations de dislocations et les phénomènes de précipitation observés au cours d'une étude systématique des différentes nuances au microscope électronique.

Nous déterminons ensuite l'influence de l'aluminium et des éléments d'addition sur l'énergie de défaut d'empilement γ pour ces mêmes nuances, par mesure de certains paramètres de configurations de dislocations particulières.

Enfin, nous analysons la tenue de ces alliages à la corrosion sous tension en atmosphère marine, sur des échantillons immergés en mer durant trois mois. Nous mettons en évidence les rôles de la tension, d'un traitement thermique et de la composition chimique, que nous essaierons de relier aux données physiques étudiées précédemment.

1.2 - STRUCTURE DES CUPROALUMINIUMS -

Toutes les structures d'équilibre de nos alliages sont obtenues par un recuit de 2 heures à 850°C, suivi d'un refroidissement lent de 30°C/H.

1.2.1 - Cuproaluminiums binaires

Le premier diagramme d'équilibre (fig.1) a été proposé par CHATELIER, HEYCOCK et NEUILLE, CHARPENTIER et EDWARDS. Au cours de ces dernières années, on y a apporté quelques modifications, notamment dans le domaine $\alpha + \gamma_2$. Nous nous contenterons de donner ici les principales phases et leurs caractéristiques.

a) Phase α

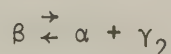
C'est une solution solide, de même structure que le cuivre pur. Stable à l'ambiante, elle cristallise dans le système CFC. Le paramètre de la maille varie de 3,60 Å à 3,66 Å lorsque la teneur de l'aluminium passe de 0 à 9 % en poids. La limite supérieure du domaine d'existence de cette phase dépend de la vitesse de refroidissement. Elle varie de 8 à 9,4 % en poids d'Al. Les propriétés mécaniques (dureté, résistance à la traction, allongement ...) augmentent avec la teneur en aluminium.

b) Phase γ_2

De structure cubique complexe, elle est stable à l'ambiante pour des teneurs supérieures à 16,2 % d'Al. Elle est centrée sur un composé de formule $\text{Cu}_9 \text{Al}_4$.

c) Phase β

La phase β cristallise dans le système cubique centré. Elle a une composition voisine de celle du composé de formule $\text{Cu}_3 \text{Al}$. Elle commence à cristalliser à 1048°C et donne naissance à 565°C à la réaction eutectoïde



De nombreuses études ont révélé l'existence de plusieurs phases dans le domaine $\alpha + \gamma_2$, notamment, de la phase α_2 , formée à 363°C par réaction péritectoïde. Les autres phases, ordonnées ou non, sont des phases hors équilibre ou métastables.

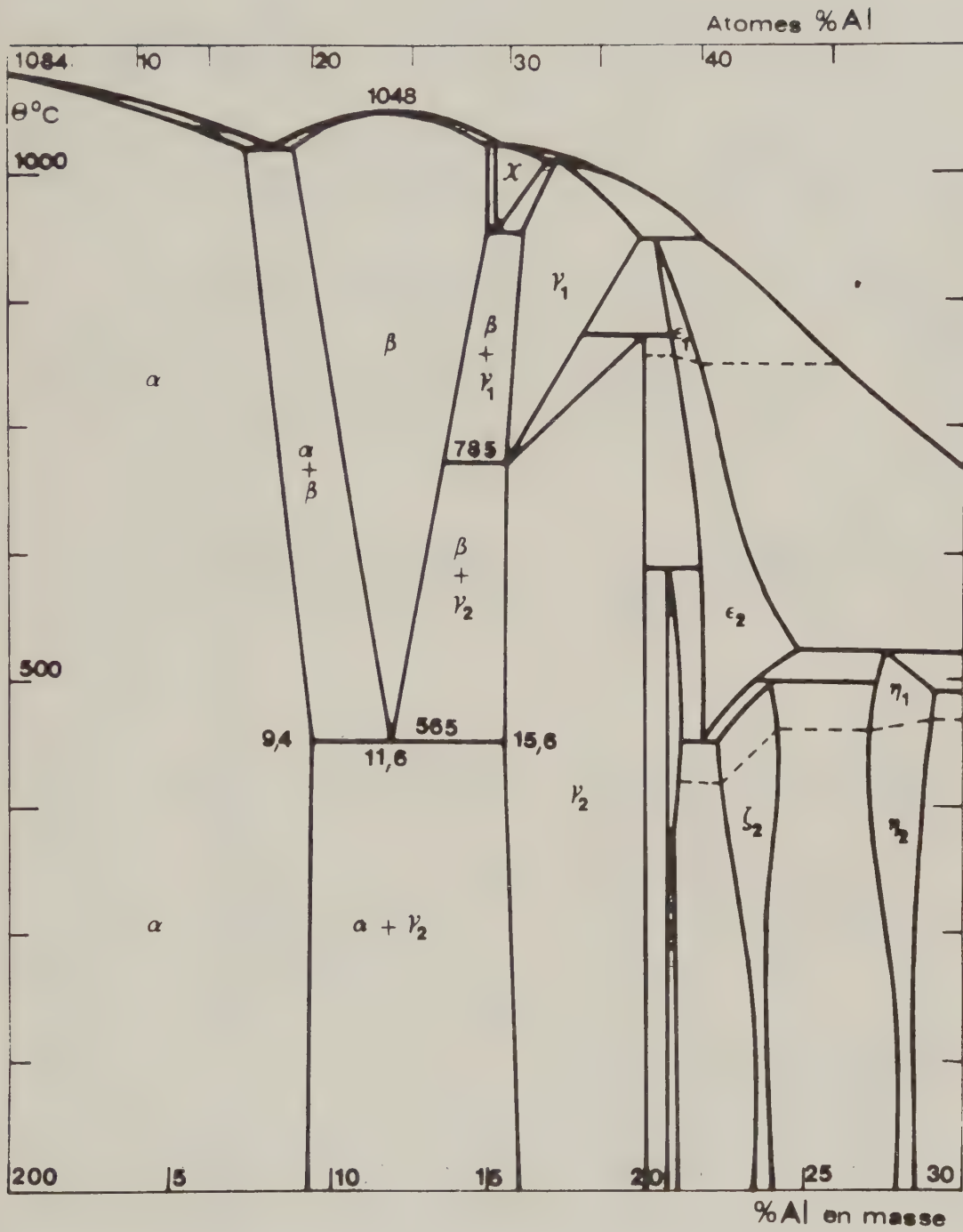


Fig. 1 - Diagramme Cu Al.

- phase β_1 de structure cubique centrée : ordonnée
- phase β' de structure cubique à faces centrées : désordonnée
- phase β'_1 de structure quadratique : ordonnée
- phase γ' de structure orthorombique : ordonnée

La figure 2 représente le nouveau tracé du diagramme dans le domaine $\alpha + \gamma_2$. Elle fait apparaître le domaine de stabilité de la phase α_2 , et ne tient pas compte des phases métastables.

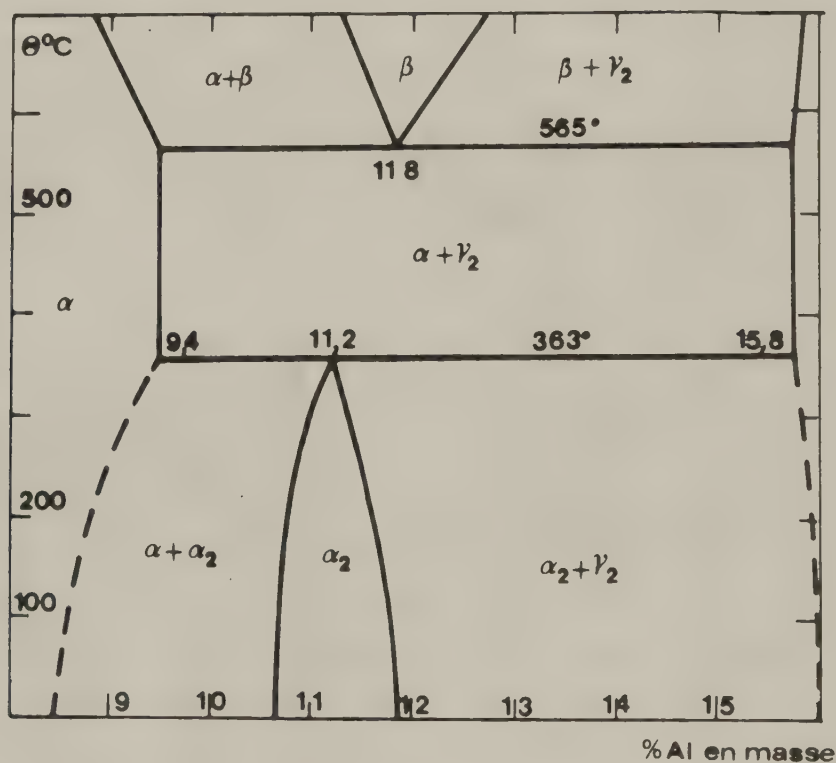


Figure 2 : Détail du diagramme Cu Al

1.2.2 - Cuproaluminiums ternaires

a) Ternaires alliés au Fer (YUKATA, P.J. MACKEN, A.A. SMITH)

Nous avons représenté sur la figure 3 le diagramme d'équilibre des alliages CuAlFe, pour une teneur de 3 % en poids de fer. Le fer est peu soluble dans la phase α , il a tendance à s'isoler pour des teneurs supérieures à 1 %. Le principal effet de l'addition de Fer est d'affiner la structure, d'augmenter la résistance à la traction et la dureté de l'alliage. Dans les nuances monophasées, le fer commence à précipiter lorsque la température descend en dessous de 1000°C.

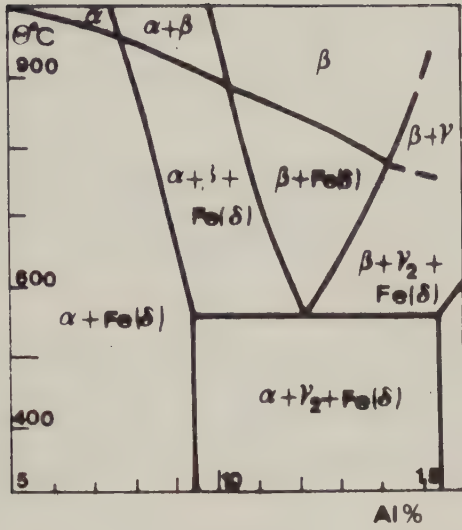


Fig. 3

.Section verticale du diagramme Cu-Al-Fe pour 3% de Fer.

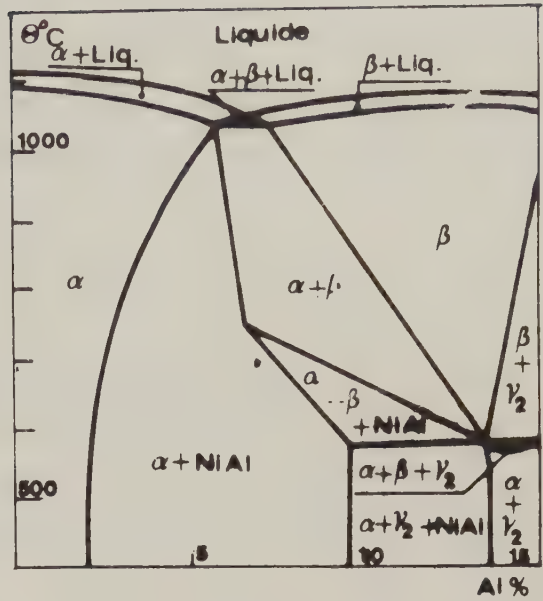


Fig. 5

.Section verticale du diagramme Cu-Al-Ni pour 3% de Ni.

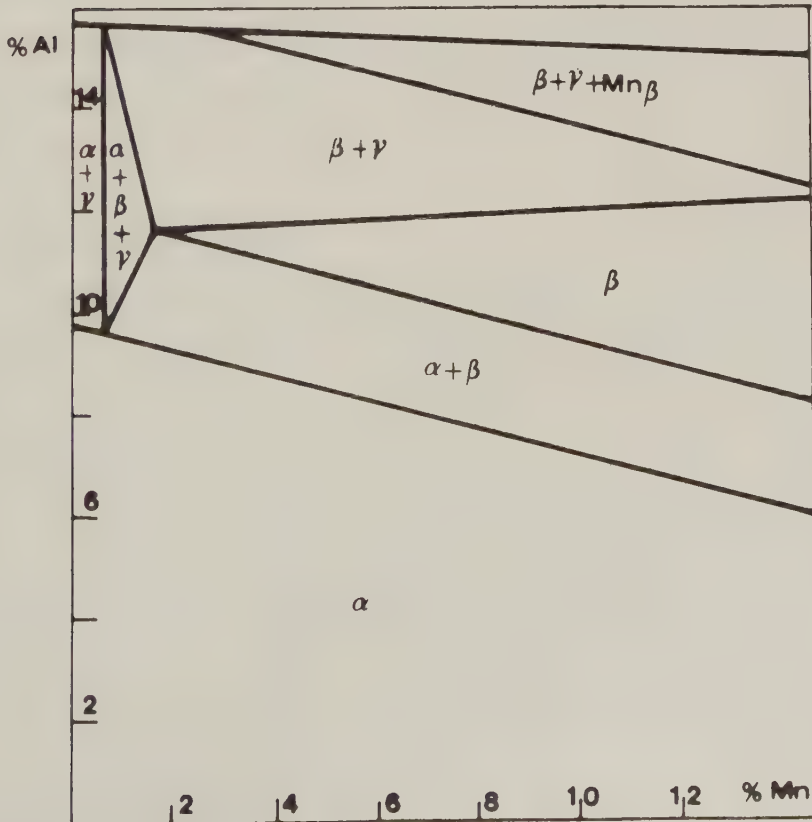


Fig. 4

.Coupe isotherme du diagramme Cu-Al-Mn à 550°.

b) Ternaires au Manganèse (fig. 4)

Le manganèse augmente l'importance du domaine β au détriment du domaine α . On considère en général que l'addition de 1 % de Mn équivaut à celle de 0,15 à 0,20 % d'aluminium. Il retarde la décomposition de la phase β en eutectoïde $\alpha + \gamma_2$. On ne peut donc utiliser les coupes isothermes que dans le cas d'un revenu ou d'une décomposition isotherme.

On considère en général que le manganèse n'améliore pas de façon aussi évidente que le fer ou le nickel les propriétés mécaniques.

c) Ternaires au Nickel

Le nickel cristallise dans le même système CFC que le cuivre (maille 3,52 Å). Il est totalement soluble dans le cuivre. L'augmentation de la teneur en nickel dans un alliage diphasé va accroître l'existence du domaine α au détriment de l'eutectoïde.

La figure 5 représente le diagramme d'équilibre pour une teneur de 3 % en poids de Nickel. L'addition de nickel augmente la résistance à la cavitation et à la corrosion, ainsi que la limite élastique, tout en diminuant la grosseur du grain.

Notons enfin que le nickel est rarement inclus dans un alliage sans une addition parallèle de fer.

Chapitre 2

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

2.1 - ELABORATION DES ALLIAGES -

A - Alliages binaires

Les alliages binaires sont élaborés à partir de cuivre électrolytique à moins de 800 ppm d'impureté et d'aluminium à moins de 500 ppm. Les composants sont fondus dans un four à fusion sous vide, sous un vide compris entre 10^{-4} et 10^{-5} Torr, dans un creuset en alumine frittée, et sont coulés dans une lingotière en cuivre à une température voisine de l'ambiante.

Afin de parfaire son homogénéité, chaque alliage est coulé deux fois. Les nuances élaborées sont données dans le tableau suivant :

% en poids d'Al	1	2	3	4	5	6	8	9	10	12	14	18
% en poids de Cu	99	98	97	96	95	94	92	91	90	89	86	82

Soit sept alliages monophasés α , quatre diphasés $\alpha + \gamma_2$, et un monophasé γ_2 , qui n'a aucune application industrielle du fait de son extrême fragilité (malgré sa grande dureté).

B - Alliages ternaires

Les alliages ternaires sont élaborés de manière identique. Le troisième élément est soit le Fer de pureté 99,9 %, soit le Manganèse électrolytique de pureté 99,9 %, soit le Nickel de pureté 99,5 %. Nous avons fabriqué les alliages suivants :

% en poids		Cu Al Fe	Cu Al Mn	Cu Al Ni
Cu	Al	% Fe	% Mn	% Ni
93	6	1	1	1
92	6	2	2	2
91	6	-	-	3
90	6	4	4	-
89	6	-	-	5

Nous avons choisi une teneur en aluminium de 6 %, afin de donner aux alliages une structure monophasée.

Dans tout ce qui suit, un alliage qui est repéré UA 8 par exemple représente un alliage binaire à 8 % en poids d'aluminium, et la dénomination UA 6 Fe2 désigne un cuproaluminium ternaire à 2 % en poids de fer.

Les alliages ont subi un traitement d'homogénéisation de 2 heures à 850°C, suivi d'un refroidissement lent de 30°C/H. Celui-ci fait apparaître une recristallisation préférentielle en surface suivant un plan (110).

2.2 - PREPARATION DES LAMES MINCES -

Pour permettre l'observation des échantillons au microscope électronique, nous avons construit une installation d'amincissement électrolytique. La nécessité de pratiquer cette électrolyse à -20°C nous a amené à utiliser une machine frigorifique qui abaisse la température d'un bain de monoéthylène glycol à une valeur suffisante (environ -30°C), pour permettre à l'électrolyte d'être à -20°C.

L'électrolyte, placé dans le bain froid, est aspiré par une pompe centrifuge immergée et envoyé dans la cellule de polissage proprement dite, dans laquelle est placé un thermomètre à contact. Le polissage se fait par jets.

Le thermomètre est relié à un relais électronique qui actionne la fermeture d'une électrovanne et provoque l'arrêt du groupe compresseur (grâce à un deuxième relais) lorsque la température affichée est atteinte (voir figure 6). La régulation est obtenue à 2°C près (inertie thermique du système de réfrigération).

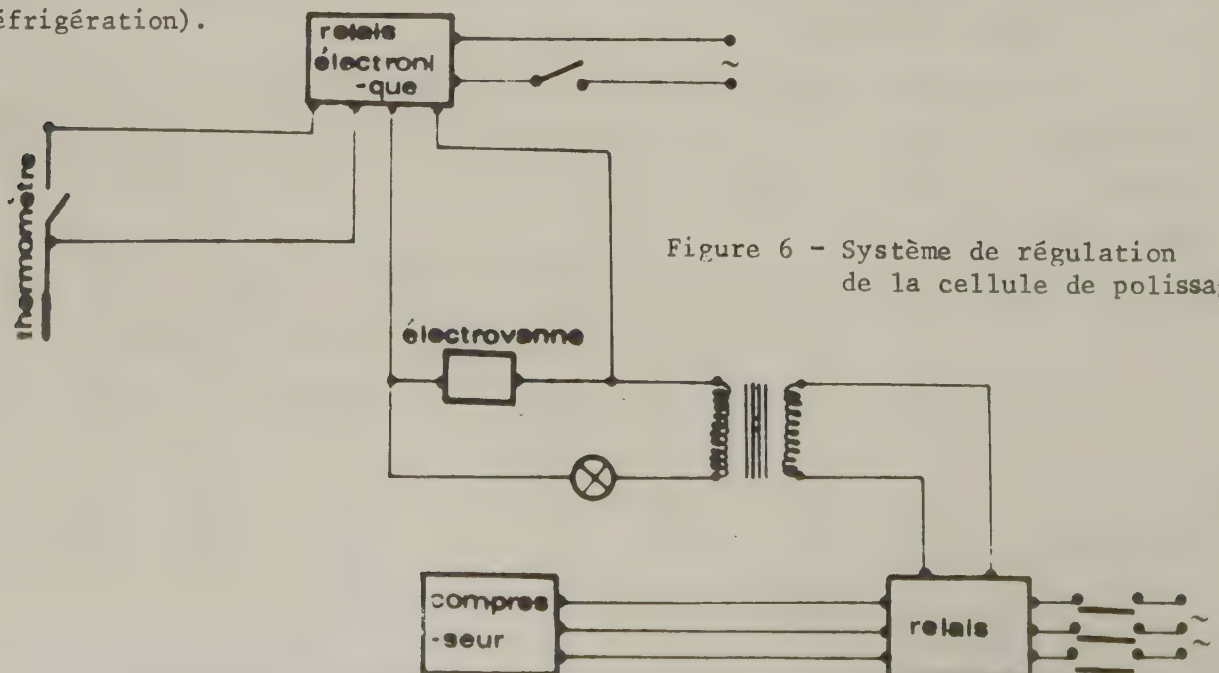


Figure 6 - Système de régulation de la cellule de polissage

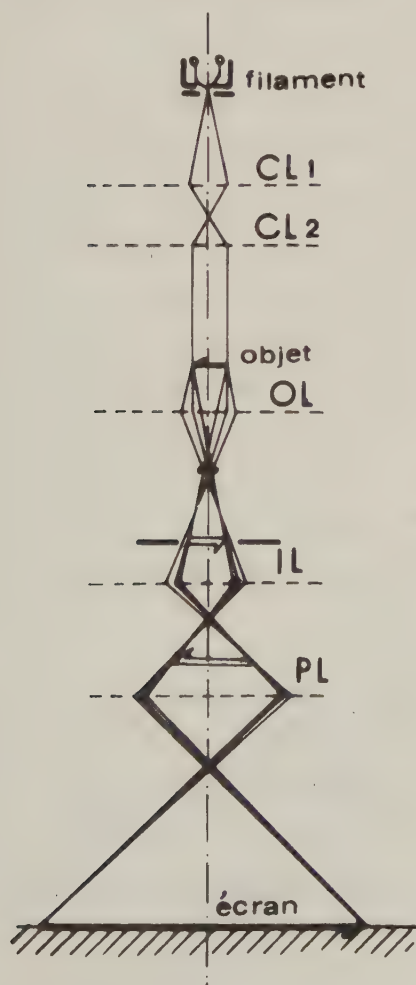
Les échantillons à polir sont tirés de lames de 15/100 mm d'épaisseur des diverses nuances à étudier. Celles-ci sont obtenues à partir de lames de 8/10 mm, tronçonnées dans les échantillons massifs, qui sont ensuite amenées à leur côte définitive par trois laminages à froid et trois recuits de recristallisation successifs de 2 heures à 850°C suivis d'un refroidissement lent de 3°C/h pour le dernier recuit.

Les lames sont alors lentement déformées de quelques % dans une machine de traction, et découpées en vue du polissage en petits disques de 3 mm de diamètre. Le bain de polissage est composé de 33 % en volume d'acide nitrique pur et de 67 % d'alcool méthylique. La tension de polissage est choisie entre 8 et 9 Volts (SAARINEN). NORDSTROM et BARRETT préconisent 6V et -32°C. La lame obtenue est lavée dans de l'eau permutée puis séchée.

La majorité de lames observées présentent une recristallisation suivant un plan (110) en surface.

2.3 - EXAMEN AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE -

2.3.1 - Le microscope



Les lames minces obtenues, qui se présentent sous la forme de petits disques de 3 mm de diamètre, sont placées directement dans le porte échantillons de la platine du Microscope JEM 7, et sont observées par transmission sous une tension accélératrice de 100 KV. Il n'y a ainsi aucune interposition de grille qui supprime souvent des zones intéressantes. La platine goniométrique est du type à basculement rotation. L'angle de basculement (tilt) limite est de 10°, celui de la rotation (précession) de 360°.

Pour éviter une contamination trop rapide et permettre une longue observation sur une même plage, nous utilisons un dispositif anticontamination refroidi à l'azote liquide.

Nous reproduisons ci-contre (figure 7) un schéma du microscope employé, montrant l'emplacement de chacune des lentilles.

Fig. 7 - Le microscope JEM 7.

La nécessité d'orienter correctement les clichés obtenus au cours de cette étude nous a amené à effectuer un calibrage de la rotation de l'image par rapport au cliché de diffraction de la zone correspondante.

2.3.2 - Calibrage de la rotation de l'image

L'image électronique observée sur l'écran et le cliché de diffraction correspondant doivent être mutuellement réorientés car les lentilles magnétiques introduisent une rotation relative entre les deux photographies, qui augmente avec le grossissement utilisé.

Les rotations magnétiques dues à ces lentilles peuvent être calculées, mais en pratique on a recours à un calibrage expérimental. On utilise pour cela un échantillon cristallin dont la configuration et les directions cristallographiques sont facilement repérables. L'image électronique et le cliché de diffraction sont enregistrés sur une même plaque, et l'angle entre une direction cristallographique repérée et la direction correspondante donnée par la diffraction peut être facilement mesuré. Il est possible d'ajouter par la suite la rotation de 180° qui intervient pour certains plots de grandissement.

Nous avons utilisé un échantillon de trioxyde de molybdène MoO_3 , dont les directions cristallographiques sont données par la figure 10.

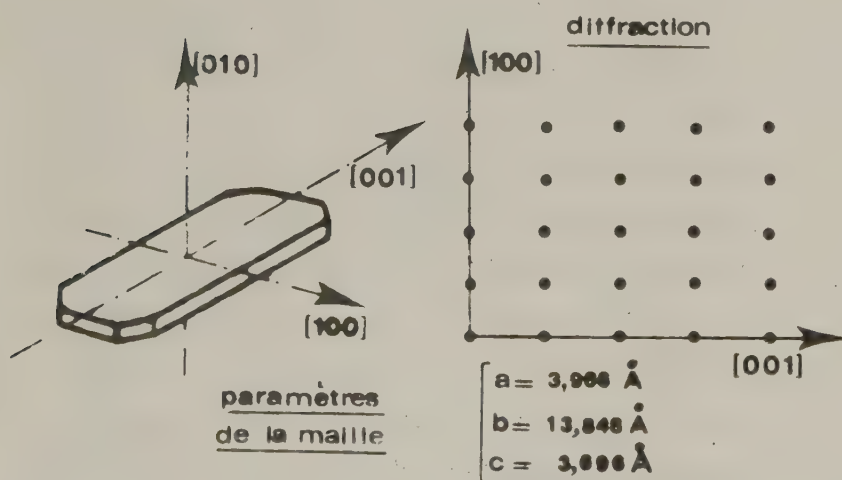


Figure 10 : Paramètres du MoO_3

La préparation consiste à sublimer le MoO_3 sur une lame de verre. On décolle la couche obtenue dans de l'eau distillée, que l'on recueille sur un support d'or ou de carbone disposé sur une grille. MoO_3 cristallise en petites plaquettes rectangulaires dont le plus grand côté est une direction $[001]$.

Les calibrages ont été faits seulement pour les plots de grandissement utilisés, qui couvrent cependant une gamme très étendue. Les courbes

obtenues sont reportées sur les figures 8 et 9.

. Rotation . image / diffraction .

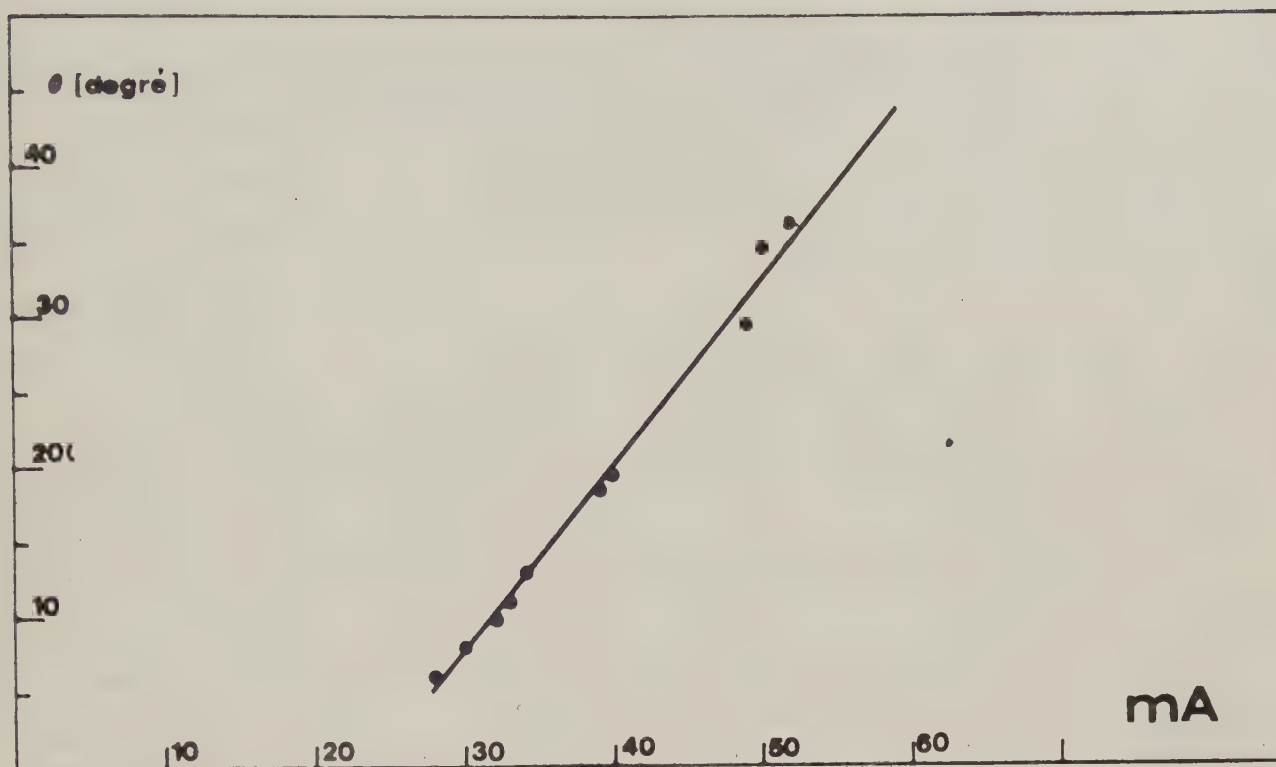


Fig. 8

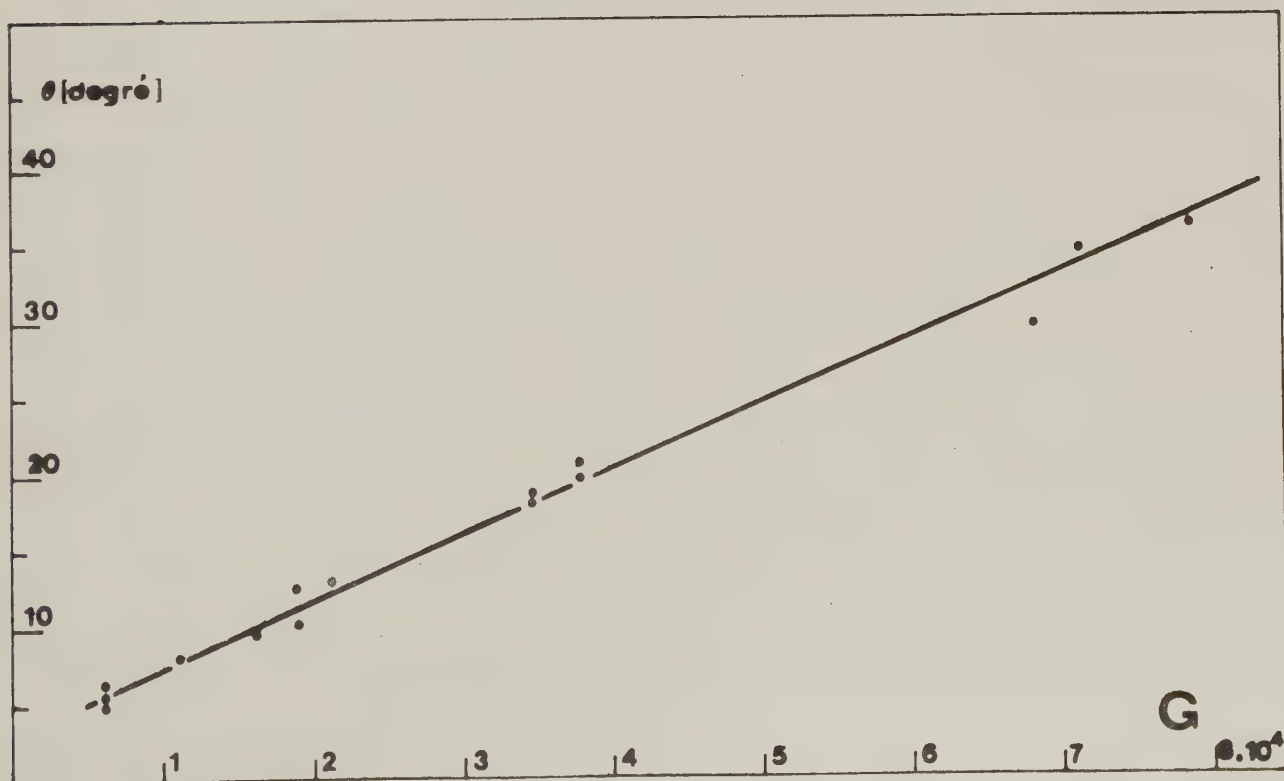


Fig. 9

2.4 - MOYENS D'ANALYSE DES ECHANTILLONS MIS EN CORROSION -

2.4.1 - Etude de la perte de poids

Les échantillons mis en corrosion sous tension en atmosphère marine sont au préalable pesés avec une précision de 0,0001 gramme. Après immersion de trois mois, ils sont débarrassés de la couche friable des produits de corrosion formée en surface et sont à nouveau pesés. Les résultats de perte de poids sont exprimés en %.

2.4.2 - Etude des zones corrodées et fissurées

L'analyse des constituants de la couche des produits de corrosion formée en surface a pu être faite à l'aide de la microsonde de CASTAING dont dispose notre Laboratoire. Le dosage se fait sur une zone de $1\mu^3$. Les valeurs obtenues sont traitées à l'ordinateur car le coefficient de correction dépend des métaux ; s'il est voisin de 1,1 pour le cuivre, il peut atteindre 3 pour l'aluminium. La microsonde nous a également permis d'effectuer des balayages perpendiculaires à la surface, qui déterminent l'importance des teneurs de ces mêmes constituants en fonction de la profondeur, et des photographies électroniques des zones fissurées et des piqures.

Enfin, un examen au microscope optique nous donne des renseignements complémentaires sur les chemins de fissuration rencontrés dans des alliages binaires mis en traction en atmosphère ammoniacale.

Chapitre 3

ETUDE DES CONFIGURATIONS DE DISLOCATIONS ET DES PHENOMENES DE PRECIPITATION

3.1 - INTRODUCTION : Contraste des dislocations

Les théories cinématiques et dynamiques du contraste en microscopie électronique ont été développées par de nombreux auteurs et sont actuellement parfaitement connues. Nous nous bornerons simplement à donner les principaux résultats relatifs au contraste des dislocations parfaites et imparfaites. Nous supposerons également connues les principales notions sur les dislocations.

Les calculs des intensités transmises ont été effectués par HOWIE et WHELAN (1962), GEVERS (1963), SILCOCK et TUNSTALL (1964) pour les différents cas de position de la dislocation dans la lame, en fonction de sa nature.

A - Dislocations parfaites

3.1.1 - Dislocation parallèle à la lame

D'une manière générale, le contraste dépend du déphasage α introduit par le défaut qui est donné par $\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R}$. $\vec{R}$ désigne le champ de déplacement autour d'une dislocation. Dans le produit scalaire $\vec{g} \cdot \vec{R}$, il intervient le produit $\vec{g} \cdot \vec{b}$, qui peut prendre pour des dislocations parfaites les valeurs 0, ± 1 , ± 2 , ...

Lorsque $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, c'est-à-dire lorsque $\vec{b}$ est dans le plan réfecteur, nous n'avons aucun contraste puisque $\vec{g} \cdot \vec{R} = 0$ (rigoureusement ce n'est le cas que pour une dislocation purement vis ou purement coin).

Lorsque $|\vec{g} \cdot \vec{b}| = 1$, pour un cristal relativement mince, le profil de l'intensité transmise est pratiquement symétrique, sauf tout près des bords où il reste asymétrique. Nous donnons, fig. 11-a, l'exemple de l'intensité transmise pour une dislocation vis d'après WHELAN-HOWIE. Sur l'image, la dislocation apparaîtra comme une ligne noire sur un fond clair.

Pour $n = 2$, l'image comporte deux pics de part et d'autre de la dislocation. Il y a formation d'une image double (voir par exemple la photo n°6) (fig. 11-b).

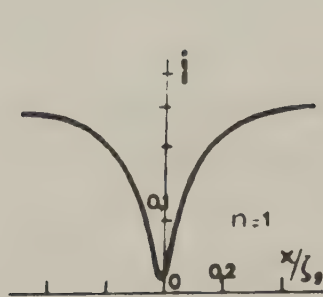


Fig. 11-a

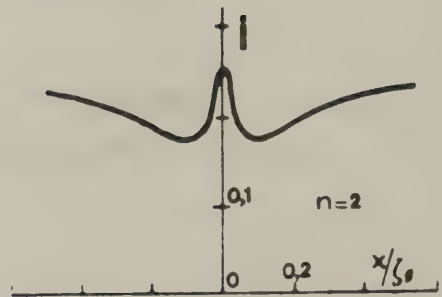


Fig. 11-b

Profils d'intensité transmise pour une dislocation parfaite. X est compté sur un axe $\perp$ à la dislocation et $\parallel$ à la lame.

3.1.2 - Dislocation inclinée par rapport à la lame

On peut assimiler une telle dislocation à une succession de petits segments parallèles à la surface de la lame, et situés à différentes profondeurs. Puisque l'on sait que le contraste varie périodiquement avec la cote Y de la dislocation, pour des cristaux minces, nous aurons un contraste ponctué ou oscillant. On peut se reporter par exemple aux photos n°2, 3, 4, 7, 9, 13 ... les photos n°86 et 87 donnent un bon exemple de contraste ponctué alternativement noir et blanc.

Pour des cristaux épais, la partie située au centre de la lame présente un contraste pratiquement uniforme. Près des faces d'entrée et de sortie, le contraste sera alternativement noir et blanc ou bien zigzag (oscillant) (ex. sur les photos 14, ..., 44).

Remarque : Une dislocation coin perpendiculaire à la lame donnera comme contraste une région claire et une région sombre en champ clair.

B - Dislocations imparfaites

3.1.3 - Une dislocation imparfaite de vecteur de Burgers $\vec{b}_p$ limite un défaut d'empilement ; le déphasage introduit est dans ce cas $\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{b}_p$. Dans le système cubique faces centrées (CFC), la quantité $\vec{g} \cdot \vec{b}_p$ peut prendre les valeurs 0, $\pm 1/3$, $\pm 2/3$, $\pm 1/1$, $\pm 4/3$... etc ...

Pratiquement, lorsque $|\vec{g} \cdot \vec{b}| = 1/3$, la dislocation est invisible.

Lorsque $|\vec{g} \cdot \vec{b}| = 2/3$ ou $4/3$, il apparaît un pic important et la dislocation est visible (voir fig. 12) : la zone de faute d'empilement est bordée par une ligne noire.

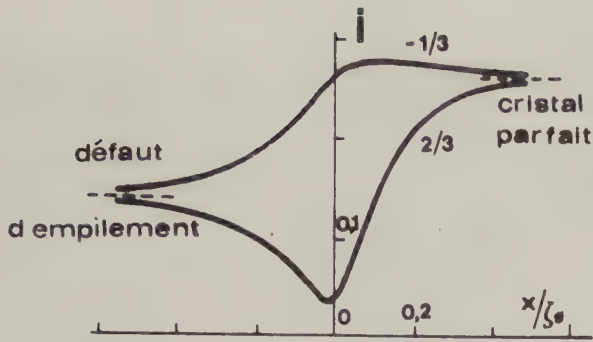


Fig. 12 - Profil d'intensité transmise pour une dislocation imparfaite.

On remarquera ceci sur de nombreuses photos et, par exemple, sur les photos n°21 et 22. Nous donnons, tableau 1, quelques valeurs des produits $\vec{g} \cdot \vec{b}$, pour des dislocations parfaites, et pour des dislocations imparfaites de Shockley pour les principaux vecteurs de diffraction utilisés qui sont du type $|111|$, $|200|$ et $|220|$.

3.2 - OBSERVATIONS DE DISLOCATIONS PARFAITES ET IMPARFAITES - EMPILEMENTS DE DISLOCATIONS -

3.2.1 - Dislocations parfaites - Empilements

Les dislocations (qu'elles soient parfaites ou imparfaites) se présentent souvent suivant des empilements de n dislocations, soumises à une contrainte τ . Lorsqu'elles rencontrent un obstacle (un joint de grain par exemple), elles vont s'empiler sur celui-ci, car elles ne peuvent pas quitter leur plan de glissement. Les contraintes développées en tête d'empilement sont alors considérables. La distance séparant deux dislocations successives augmente au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la tête de l'empilement. Ainsi : la distance de la dislocation de tête à la suivante est $X_1 = \frac{\mu b}{4 n \tau}$ et la distance de la dislocation n° p à la suivante est $X_p = \frac{np}{n-p} X_1$. Les photographies n°1 à 14 nous montrent différents empilements, ainsi que de nombreuses dislocations libres. On peut remarquer sur les n°2 et 4 que les empilements semblent ne s'arrêter sur aucun obstacle "visible". Sur la photographie n°5 les bandes blanches repérées en A sont dues au passage de nombreuses dislocations sous l'effet de l'échauffement provoqué par le faisceau électronique. En outre, on peut constater que de nombreuses dislocations sont dissociées. On retrouve le même phénomène de traces laissées par le passage de dislocations sur la photographie n°13.

Les clichés 15, 19 et 20 montrent des arrangements complexes de dislocations dits arrangements "cellulaires", mais cependant peu prononcés. Il est étonnant de trouver de telles configurations sur la photographie n°19 qui est celle d'un UA8 recuit, alliage bien connu pour avoir des arrangements planaires.

VALEURS DE $\vec{g} \cdot \vec{b}$ DANS LES METAUX CFC

$\vec{b}$	$\vec{g}$	111	$\bar{1}11$	$1\bar{1}1$	$11\bar{1}$	200	020	002	220	$\bar{2}20$	202	$\bar{2}02$	022	$0\bar{2}2$
Dislocations parfaites														
$1/2(110)$	DC	1	0	0	1	1	1	0	2	0	1	-1	1	-1
$1/2(\bar{1}10)$	AB	0	1	1	0	-1	1	0	0	2	-1	1	1	-1
$1/2(101)$	DA	1	0	1	0	1	0	1	1	-1	2	0	1	1
$1/2(\bar{1}01)$	CB	0	1	0	1	-1	0	1	-1	1	0	2	1	1
$1/2(011)$	DB	1	1	0	0	0	1	1	1	1	1	1	2	0
$1/2(0\bar{1}1)$	CA	0	0	1	1	0	-1	1	-1	-1	1	1	0	2
Dislocations imparfaites de Shockley														
$1/6(112)$	D δ	2/3	1/3	1/3	0	1/3	1/3	2/3	2/3	0	1	1/3	1	1/3
$1/6(\bar{1}12)$	α B	1/3	2/3	0	-1/3	-1/3	1/3	2/3	0	2/3	1/3	1	1	1/3
$1/6(1\bar{1}2)$	β A	1/3	0	2/3	-1/3	1/3	-1/3	2/3	0	-2/3	1	1/3	1/3	1
$1/6(11\bar{2})$	δ C	0	-1/3	-1/3	2/3	1/3	1/3	-2/3	2/3	0	-1/3	-1	-1/3	-1
$1/6(121)$	D α	2/3	1/3	0	1/3	1/3	2/3	1/3	1	1/3	2/3	0	1	-1/3
$1/6(\bar{1}21)$	γ B	1/3	2/3	-1/3	0	-1/3	2/3	1/3	1/3	1/3	0	2/3	1	-1/3
$1/6(1\bar{2}1)$	δ A	0	-1/3	2/3	-1/3	1/3	-2/3	1/3	-1/3	-1	2/3	0	-1/3	-1
$1/6(12\bar{1})$	β C	1/3	0	-1/3	2/3	-1/3	2/3	-1/3	1	1/3	0	-2/3	1/3	-1
$1/6(211)$	D β	2/3	0	1/3	1/3	2/3	1/3	1/3	1	-1/3	1	-1/3	2/3	0
$1/6(\bar{2}11)$	δ B	0	2/3	-1/3	-1/3	-2/3	1/3	1/3	-1/3	1	-1/3	1	2/3	0
$1/6(2\bar{1}1)$	γ A	1/3	-1/3	2/3	0	2/3	-1/3	1/3	1/3	-1	1	-1/3	0	2/3
$1/6(21\bar{1})$	α C	1/3	-1/3	0	2/3	2/3	1/3	-1/3	1	-1/3	-1/3	-1	0	2/3

Tableau 1

PLANCHE 1 - EMPILEMENTS DE DISLOCATIONS

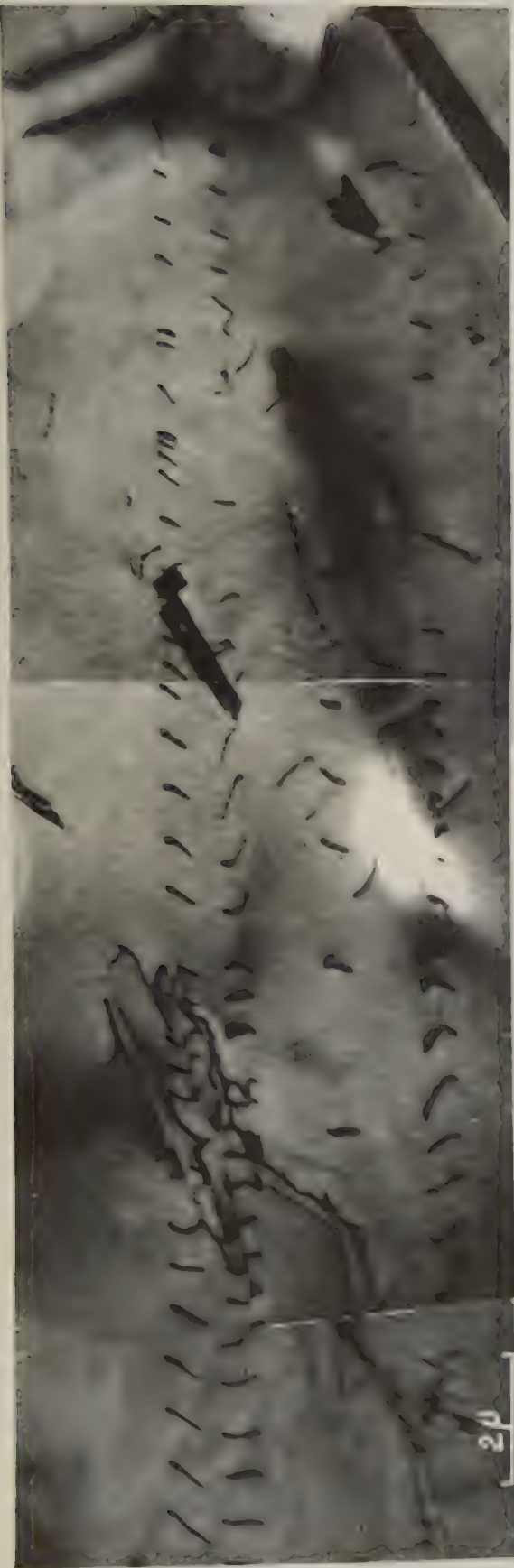


Photo 1

UA6 Ni 3



Photo 2

UA8 déformé 4 %

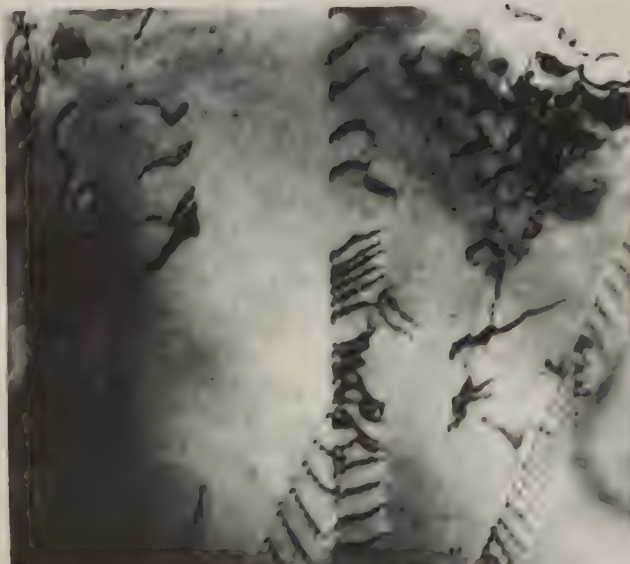


Photo 3

UA6 Ni 2 déformé 0,5 %



Photo 4

UA6 Ni 2 déformé 1 %

PLANCHE 2

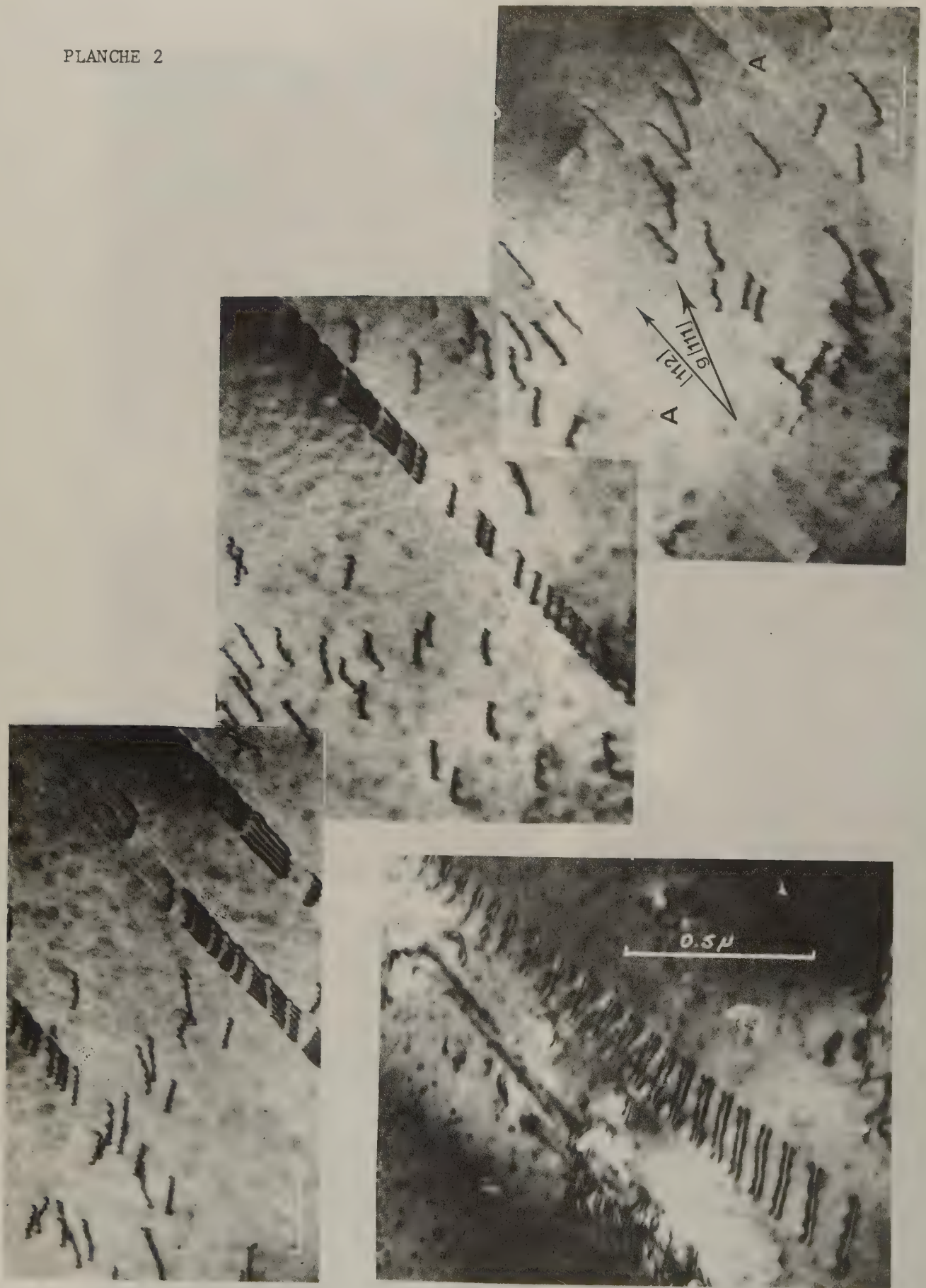


Photo 5 - Mouvement de dis-
locations UA4

Photo 6 - Image double UA5 déformé 4 %

PLANCHE 3 - EMPILEMENTS DE DISLOCATIONS

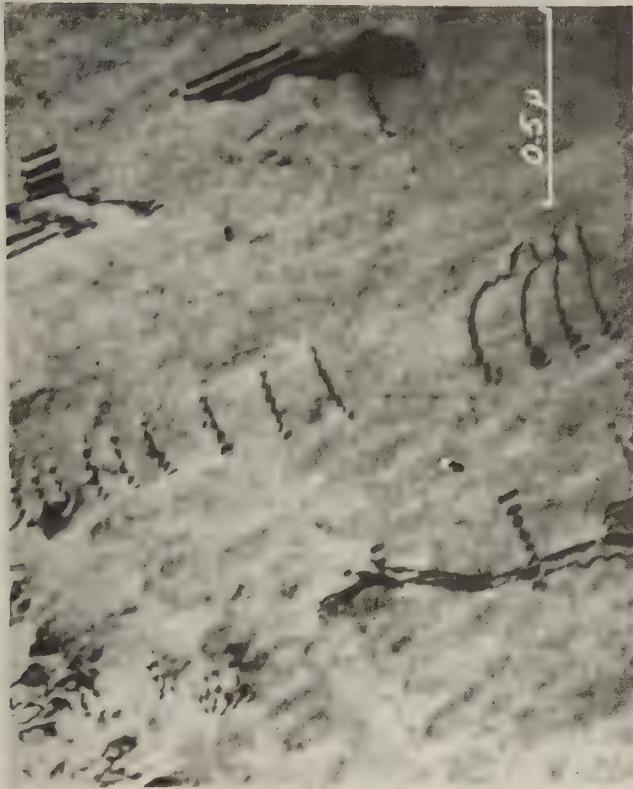


Photo 7
UA8 Recuit



Photo 8
UA6 Fe 1

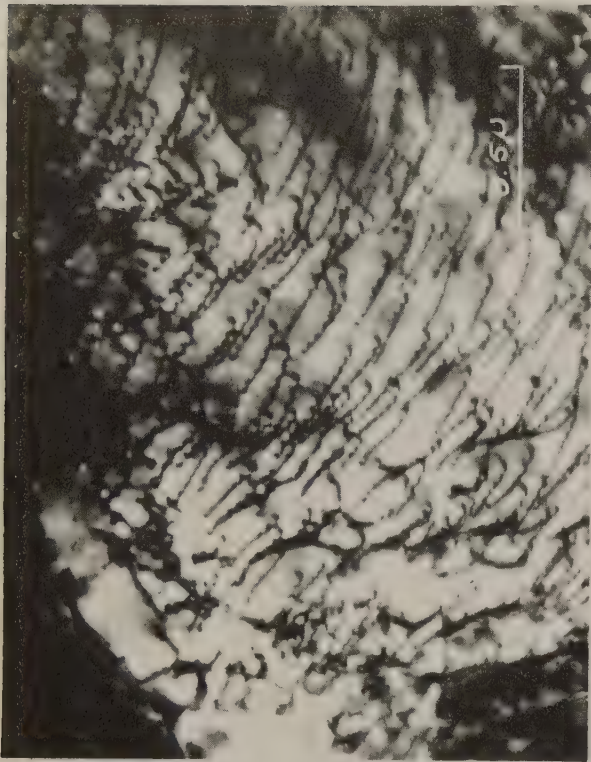


Photo 9
UA6 Mn 2



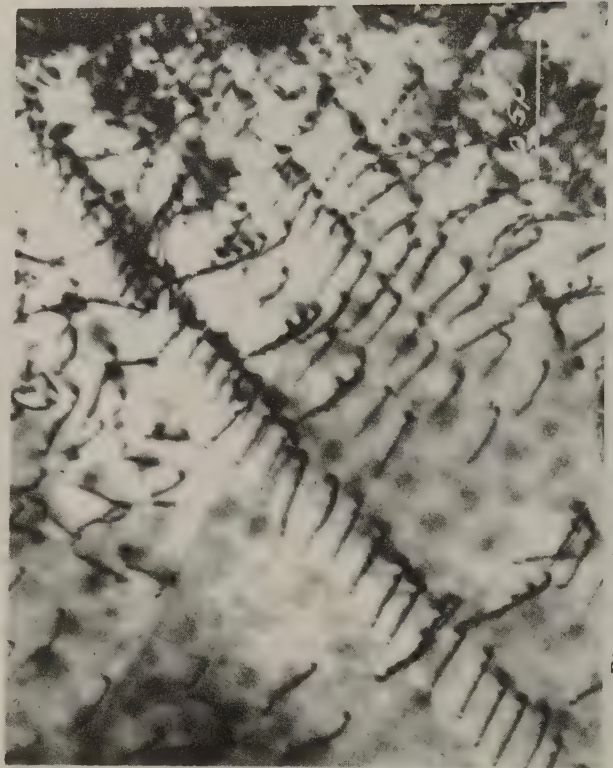
Photo 10
UA6 Mn 2

PLANCHE 4 - EMPILEMENTS DE DISLOCATIONS



UA4

Photo 11



UA4

Photo 12



UA5 déformé 4 %

Photo 13



UA6

Photo 14

PLANCHE 5

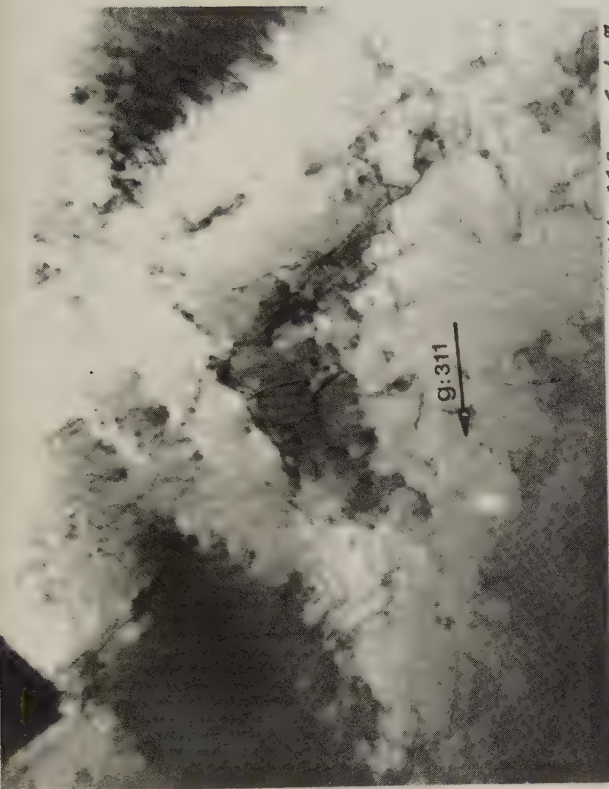


Photo 15 - Enchevêtrements UA4 déformé 4 %

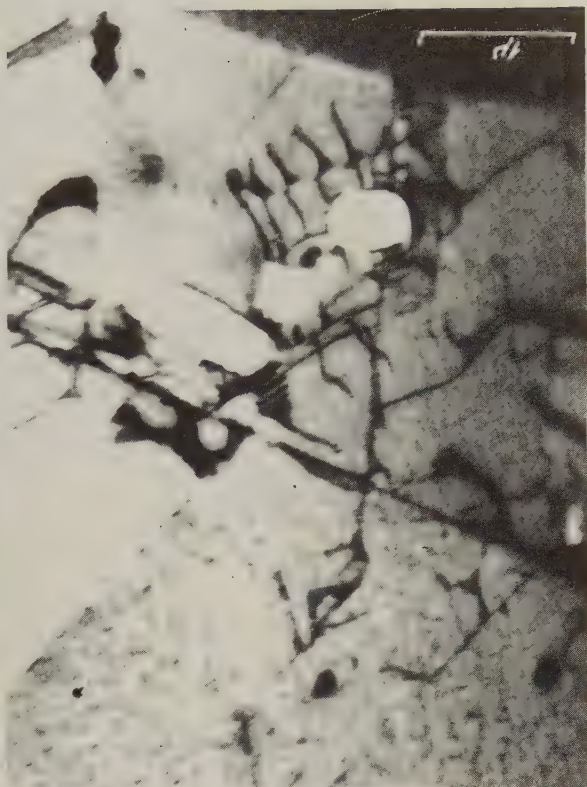


Photo 16 - Arrangements planaires UA6 Fe 2 recuit



Photo 17 - Dislocations produites UA3 déformé 4%
au cours de la manipulation

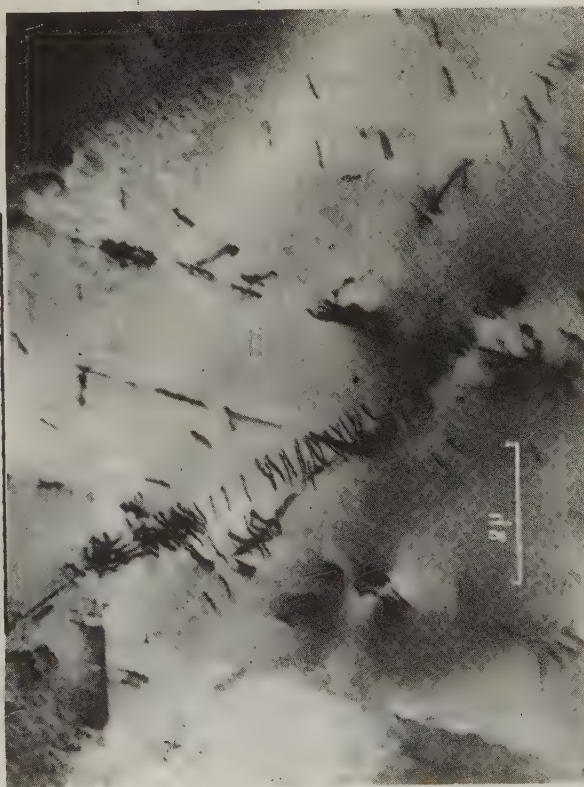


Photo 18 - Empilements UA6 Mn 2 déformé 1 %

PLANCHE 6

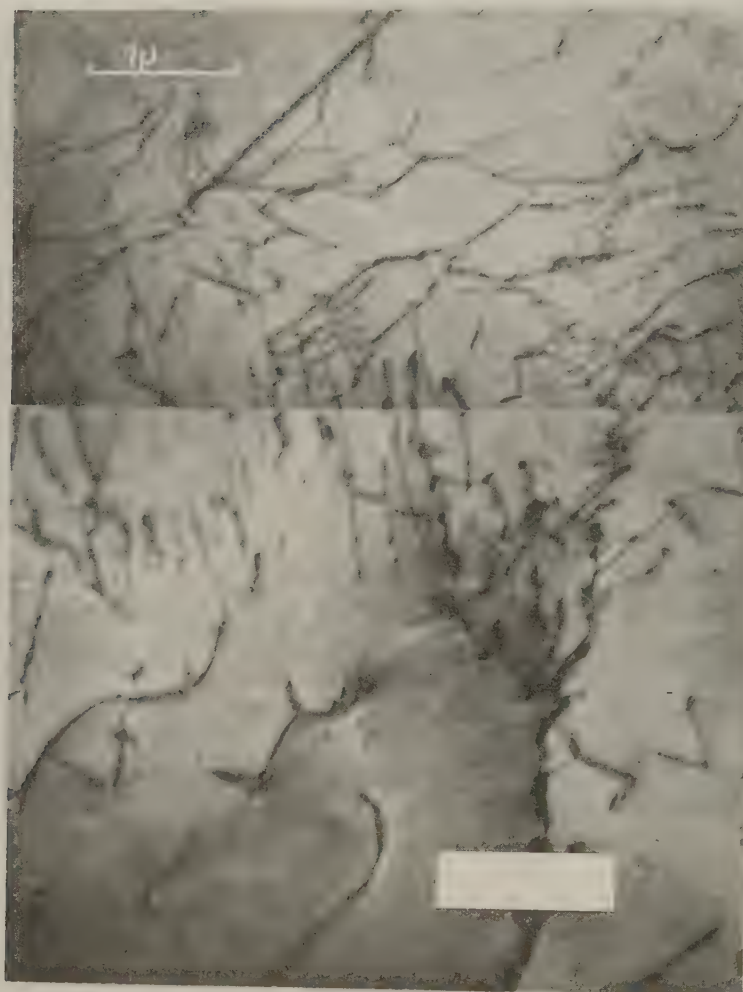


Photo 19 - Enchevêtrements de dislocations
UA8 recuit

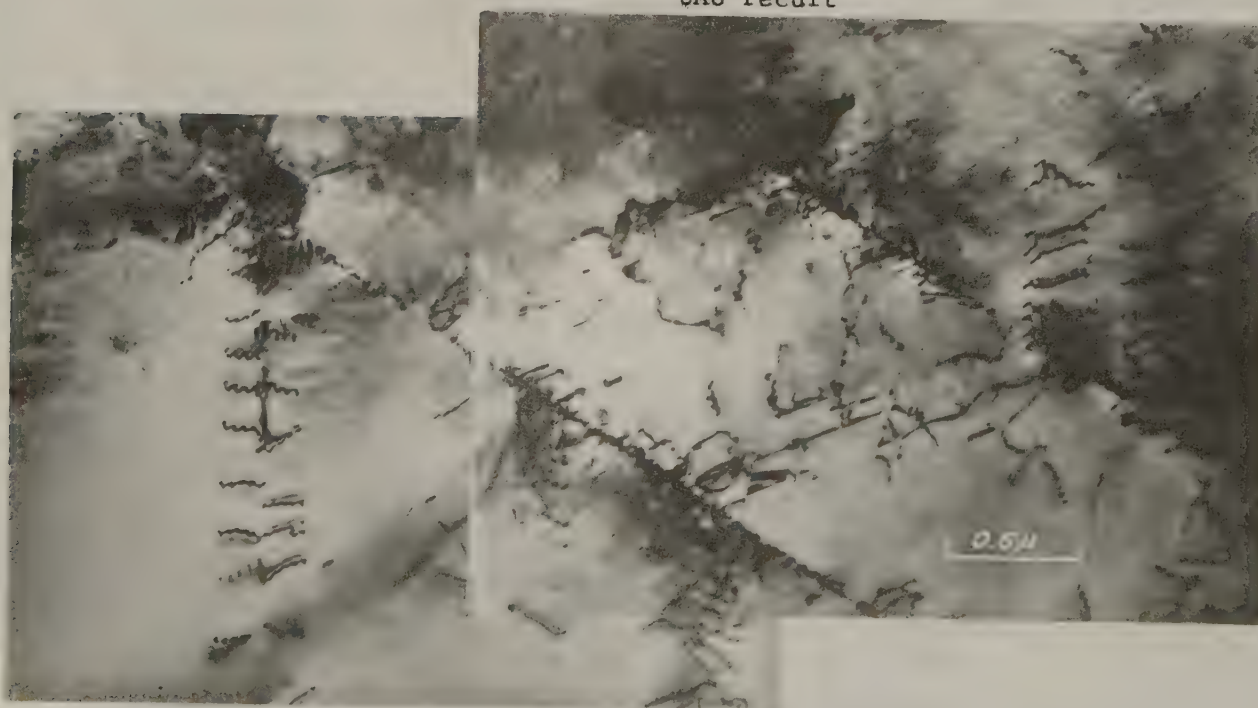


Photo 20 - Empilements sur un joint de grain - Enchevêtrements
UA4 déformé 4 %

Les dislocations montrées sur la photographie n°17 sont parallèles à la surface de la lame et sont caractéristiques des dommages produits au cours des manipulations de lames minces.

3.2.2 - Dislocations imparfaites - Dissociation de dislocations

Considérons une structure CFC où l'on puisse définir une dislocation parfaite de vecteur burgers $\vec{b}$. Supposons qu'elle se dissocie en deux partielles de vecteurs de burgers $\vec{b}_1$ et $\vec{b}_2$ tels que $\vec{b} = \vec{b}_1 + \vec{b}_2$. Cette dissociation est possible si l'énergie élastique de la dislocation parfaite est supérieure à celle des deux partielles. Par exemple, raisonnons sur une dislocation parfaite de vecteur $\frac{a}{2} |\bar{1}10|$ qui se situe dans un plan de glissement (111) . Elle se dissocie en deux partielles suivant la relation :

$$\frac{a}{2} |\bar{1}10| = \frac{a}{6} |\bar{2}11| + \frac{a}{6} |\bar{1}21|$$

Cette dissociation est possible car elle est accompagnée d'une diminution d'énergie (prop. à $1/2$ et prop. à $1/3$); sur le schéma ci-après (fig. 13) la dislocation avance vers la droite.

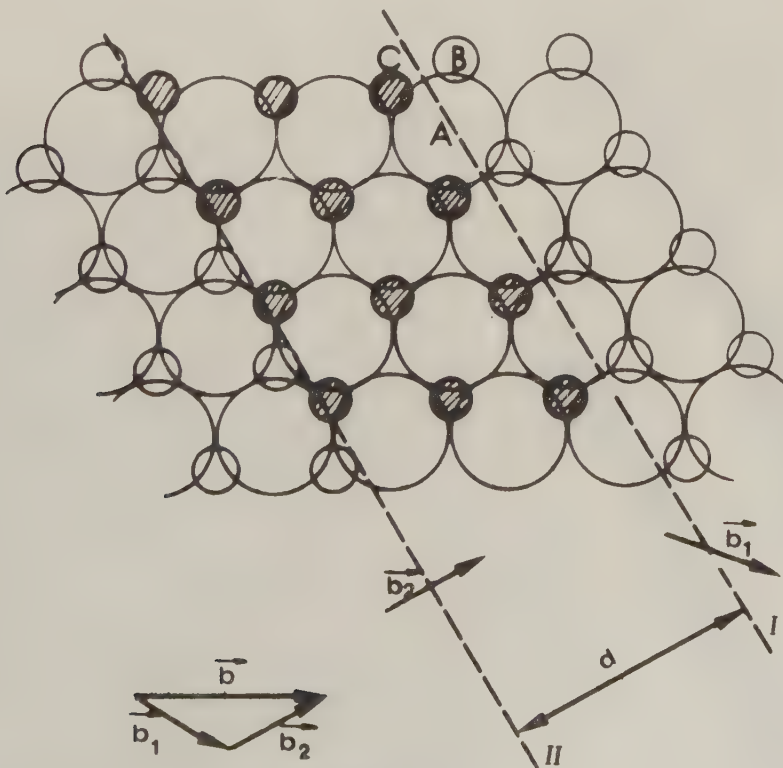


Fig. 13 - Dissociation de dislocation

PLANCHE 7 - DISSOCIATION DE DISLOCATIONS



Photo 21
(UA8 déformé 4 %)



Photo 22
UA8

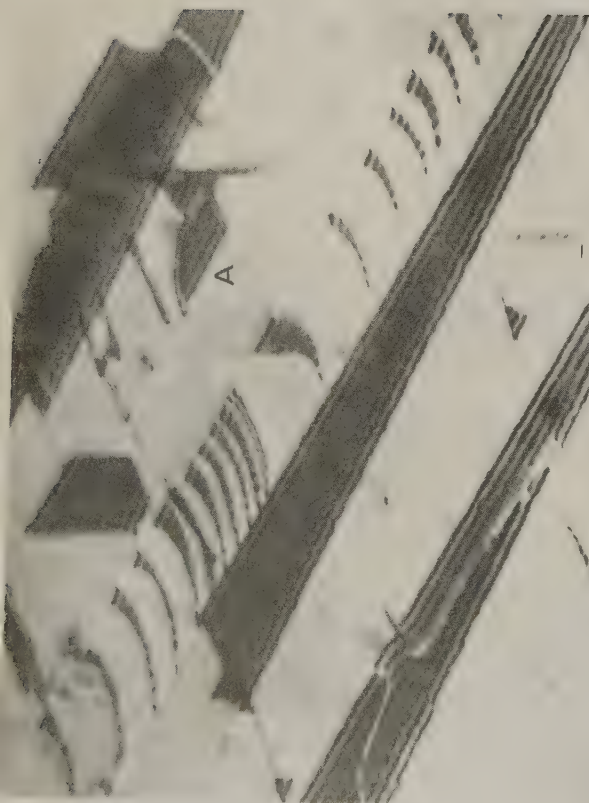


Photo 23 - Dislocations dissociées
et défauts d'empilement
(UA8)



Photo 24
UA8 déformé 4 %

La première dislocation (I) a pour vecteur de burgers $\vec{b}_1$. De par son mouvement elle crée une faute d'empilement intrinsèque. En effet, sur le côté gauche de la dislocation (I), la séquence d'empilement est la suivante : A B C A[↑] C A B C ou $\Delta\Delta\Delta\nabla\Delta\Delta\Delta$.

Cette faute est restaurée par le mouvement de la partielle II, de vecteur de Burgers $\vec{b}_2$ à gauche de la partielle II.

L'angle entre les vecteurs de Burgers étant de 60° , dans ce cas, une force répulsive repousse les deux partielles entre elles. Elles vont se disposer de manière à ce que la tension de surface du défaut équilibre cette force répulsive, à une distance d l'une de l'autre. En général, cela se produira si $\vec{b}_1 \cdot \vec{b}_2 > 0$.

Si ϕ_1 et ϕ_2 désignent les angles entre les vecteurs de Burgers et la ligne de dislocations, et θ l'angle entre le vecteur de Burgers total et cette même ligne, on peut exprimer la distance d (DORN 65).

$$\left| \begin{aligned} d &= d_0 \left| 2 - \frac{2\nu}{1-\nu} \frac{\cos 2(\theta + \phi_1 - \phi_2)}{\cos(\phi_1 + \phi_2)} \right| \\ \gamma &= \frac{\mu}{8\pi} \cdot \frac{\vec{b}_1 \cdot \vec{b}_2}{d_0} \cdot \frac{2-\nu}{1-\nu} \end{aligned} \right|$$

En pratique $|\vec{b}_1| = |\vec{b}_2| = |\vec{b}|$ et $\phi_1 = \phi_2 = \frac{\pi}{6}$

alors :

$$d = \frac{\mu b_1^2}{8 \pi \gamma} \left(\frac{2-\nu}{1-\nu} \right) \left(1 - \frac{2\nu \cos 2\theta}{2-\nu} \right)$$

Ceci peut s'écrire également :

$$d = \frac{\mu a^2}{48 \pi \gamma} \left| \left(3 - \frac{1}{1-\nu} \right) \cos^2 \theta + \left(\frac{3}{1-\nu} - 1 \right) \sin^2 \theta \right|$$

- L'angle θ est de 90° pour une dislocation coin et de 0° pour une dislocation vis. La largeur d'un ruban à caractère coin est environ 2 fois plus grande que celle d'un ruban à caractère vis.

- On se rend ainsi compte que la largeur du ruban est inversement proportionnelle à l'énergie de faute d'empilement. Ainsi, dans l'aluminium à haute énergie γ , d varie de 200 à 500° .

Mais, cependant, ces valeurs sont faibles par rapport aux larges zones de fautes d'empilement observées. FRIEDEL a suggéré le mécanisme suivant :

Deux dislocations dissociées appartenant à des plans de glissements sécants peuvent s'attirer mutuellement. Une dislocation STAIR-ROD (Tringle) de

LOMER-COTTRELL peut ainsi naître sur la ligne d'intersection de ces deux plans. Il se produira alors une large faute d'empilement dans les deux plans de glissements si la tension externe déplace les Shockley partielles loin de la Stair-Rod.

Les photographies n°21 à 24 montrent des dislocations dissociées bordant des régions de fautes d'empilement. Les partielles de Shockley apparaissent clairement sur les n°21 et 22 comme une courbe sombre bordant la zone de franges. On ne les voit pas sur la n°23, où elles sont éteintes. Sur cette même photographie, on remarque les deux Shockley, une courbe, et l'autre droite bordant le défaut A. Notons encore l'inversion des Shockley visibles sur les empilements de la photographie n°24 repérée par les flèches.

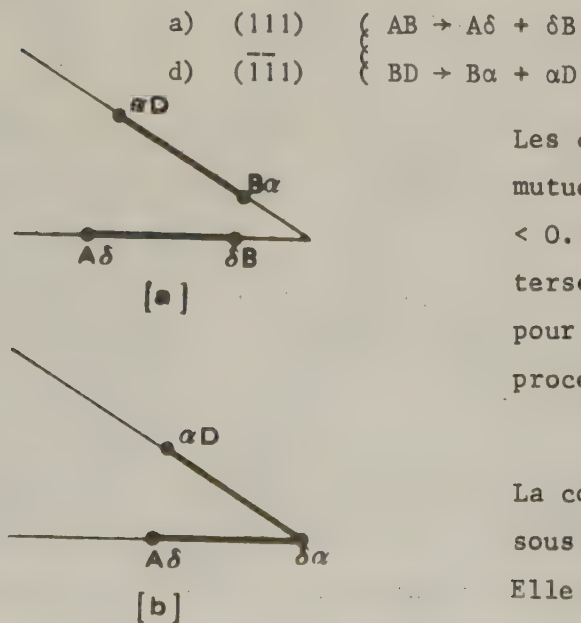
3.3 - INTERACTIONS DE DISLOCATIONS ET DE RUBANS DE DISLOCATIONS -

3.3.1 - Créations de barrières de Lomer-Cottrell

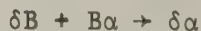
Les barrières de Lomer-Cottrell se retrouvent dans beaucoup d'arrangements de dislocations. Examinons le mécanisme de leur formation.

Considérons une dislocation parfaite de type AB située dans un plan quelconque a (voir fig.14). On peut envisager sa dissociation en $A\alpha + \alpha B$, mais ceci ne pourra se concevoir qu'en présence d'une contrainte extérieure puisque le produit $\vec{A\alpha} \cdot \vec{\alpha B}$ est nul.

Prenons maintenant deux dislocations parfaites AB et BD, appartenant à deux plans (111) respectivement a et d, et supposons que l'on ait la dissociation (cf schéma ci-dessous)



Les deux dislocations δB et $B\alpha$ s'attirent mutuellement puisque le produit $\vec{\delta B} \cdot \vec{B\alpha}$ est < 0 . Elles vont aussi se recombinaison à l'intersection des deux plans de glissement pour donner une Stair-Rod $\delta\alpha$ suivant le processus



La configuration ainsi créée est connue sous le nom de barrière de Lomer-Cottrell. Elle est stable puisque :

$$\left\{ \begin{array}{l} \vec{\delta\alpha} \cdot \vec{A\delta} > 0 \\ \vec{\delta\alpha} \cdot \vec{\alpha D} > 0 \end{array} \right.$$

Fig. 14 - Création d'une barrière de Lomer-Cottrell

Elles apparaissent en microscopie comme des dislocations très droites. Ce phénomène crée également deux larges fautes d'empilement sur les deux plans de glissements sécants. Ceci ne se produira par un effort de tension que si la force agissante par unité de longueur de la dislocation partielle de Shockley τb_1 est supérieure à la tension de surface (τ est la tension de cisaillement). Si l'on néglige la tension de Pieerls-Nabarro, on obtient l'expression $\tau_t = \frac{\gamma}{b_1}$. Cette force de cisaillement τ_t nécessaire à la nucléation de fautes d'empilement importantes est appelée force de cisaillement critique (Saarinen-Miekk-oja.67). Cette équation donne respectivement pour τ_t , 140 Kg/mm² et 1,3 Kg/mm² pour l'aluminium et pour un cuproaluminium à 7,5 % en poids d'aluminium. Ainsi, il est clair que les dislocations ne peuvent pas se dissocier dans l'aluminium, même sous l'influence d'un effort de tension, cependant que, dans un UA 7,5, au contraire, ceci est possible.

3.3.2 - Interactions de dislocations

A) Arrangements théoriques

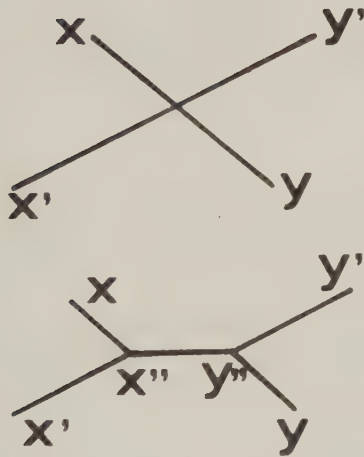


Fig. 15 - Interaction de deux lignes de dislocations.

Considérons une ligne de dislocation XY. Supposons qu'elle en rencontre une autre X'Y' appartenant à un plan de glissement différent (photo 27).

Comme l'ont dit READ (1953) et AMELINCKX (1956), il doit y avoir une interaction élastique entre les segments de la ligne de dislocation au point d'intersection. Le type d'interaction dépendra des vecteurs de Burgers mis en jeu. En général, (si cette interaction est une attraction) les dislocations peuvent se combiner sur une petite distance pour former une troisième dislocation X''Y''.

Le vecteur de Burgers de celle-ci est la somme de celui de XY et de celui de X'Y'.

D'autre part, les dislocations s'attirent si l'énergie élastique totale est diminuée. Dans ce qui suit, l'énergie de la ligne de dislocation sera prise proportionnelle au carré de son vecteur de Burgers (Nabarro, 1952) et nous ne tiendrons pas compte de la dépendance de l'énergie de ligne et du caractère de la dislocation (coin-vis). Enfin, l'interaction à longue

distance sera seule considérée et nous utiliserons la rotation de Thompson (1953) pour les vecteurs de Burgers et les plans de glissement : voir fig. 16.

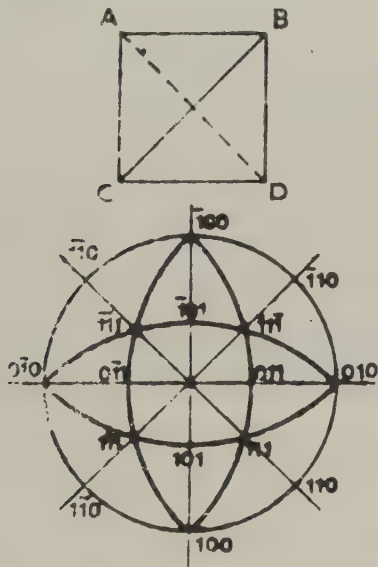


Fig. 16 - Les plans (a), (b), (c), (d) sont opposés aux sommets A, B, C, D. Les milieux des faces sont notés $\alpha, \beta, \gamma, \delta$.

Les différents cas d'interactions sont les résultats des divers angles possibles entre les vecteurs de Burgers des dislocations en jeu. Nous analyserons les cas suivants qui sont les plus simples.

- CAS N°1 : Vecteurs de Burgers à 90° .

L'arrangement est formé de :

- . une dislocation interceptée ou coupée sur (a) de vecteur de Burgers DB,
- . une dislocation sécante sur (d) de vecteur de Burgers AC.

Dans ce cas, il n'y a aucune interaction à longue distance.

- CAS N°2 : Vecteurs de Burgers à 120° .

Les dislocations ne peuvent pas former de verrou de Lomer-Cottrell.

L'arrangement est :

- . une dislocation "coupée" sur (a) Vecteur de Burgers DC
- . une dislocation "sécante" sur (d) Vecteur de Burgers CB

Ce qui donne lieu à une interaction $DC + CB = DB$. La dislocation résultante se tient suivant CB et glisse dans le plan (a).

- CAS N°3 : Vecteurs de Burgers à 120°

Les dislocations peuvent former des verrous de Lomer-Cottrell.

L'arrangement est :

- . une dislocation "coupée" sur (a) de vecteur de Burgers CD
- . une dislocation "sécante" sur (d) de vecteur de Burgers AC

L'interaction est $AC + CD = AD$. La dislocation résultante est une dislocation de Lomer-Cottrell suivant la direction CB qui peut glisser dans le plan (001).

- CAS N°4 : Vecteurs de Burgers à 180°

Dans ce cas, les vecteurs de Burgers doivent être le long de la ligne d'intersection des plans de glissement, et la dislocation vis correspon-

dante dans cette direction est annihilée. L'arrangement est : $BC + CB = 0$.

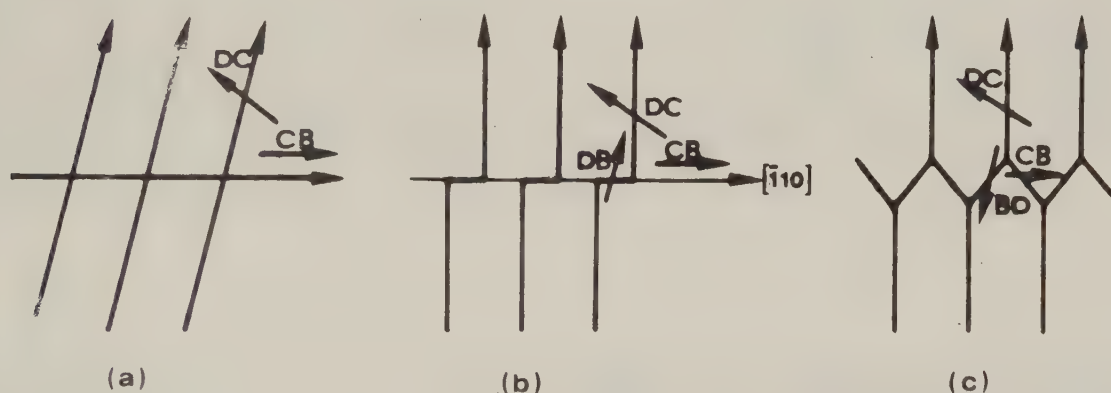
Reprenons ces différents cas et examinons les figures formées par ces arrangements.

CAS N°1 (V. de B. à 90°)

En général, il n'y a pas d'interaction. Cependant, FRANCK (1955) a suggéré qu'il y aurait une petite tendance à la combinaison dans ce cas, seulement lorsqu'elle réduit l'énergie du coeur. En plus, en tenant compte de l'interaction à faible distance entre les dislocations, FRIEDEL (1955) a montré qu'il y a dans certains cas une attraction à faible distance, bien qu'il n'y ait aucune attraction à longue distance.

CAS N°2 (V. de B. à 120°)

Les arrangements obtenus dans ce cas sont fréquemment observés.



Cas n°2 - Interactions de dislocations (vecteurs de Burgers à 120°)

Fig. 17

Un empilement appartenant au plan (a) de vecteur de Burgers DC est coupé par une dislocation vis appartenant au plan (d) de vecteur de Burgers CB. Les dislocations se combinent alors (b) pour former de courts segments de dislocation, de vecteur de Burgers DB.

La nature hexagonale de l'arrangement (c) est une dégénérescence de (b) ; elle est due au fait que les tensions de lignes aux noeuds de dislocations doivent être équilibrées.

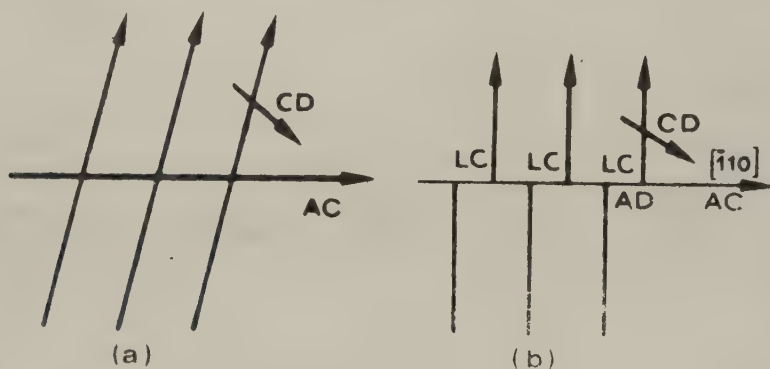
Cependant, aucun arrangement hexagonal n'est formé s'il n'y a qu'un petit nombre d'intersections.

Nous avons repéré de tels arrangements hexagonaux par la lettre A sur les photographies n°48, 49, et 51. Si celui de la photo 48 est assez complexe, l'arrangement hexagonal de la photo n°51 résulte de l'interaction d'une seule dislocation sur un empilement.

CAS N°3 (V. de B. à 120°)

Possibilité de formation de barrières de Lomer-Cottrell. On observe alors des dislocations parfaitement rectilignes suivant la direction $[110]$, comme sur la photographie n°50.

Cependant, les intersections sur de grandes longueurs sont relativement rares. On trouve plus souvent des petits segments de barrières de Lomer-Cottrell qui apparaissent dans les interactions d'un empilement de dislocations avec un système sécant. Dans ce cas, on a le schéma suivant :



Cas n°3 - Interactions de dislocations

Fig. 18

Des segments de dislocations de Lomer-Cottrell, (LC) de vecteurs de Burgers AD, sont formés le long de la ligne d'intersection des deux plans de glissement. Le réseau obtenu ne peut pas dégénérer comme précédemment car les dislocations de Lomer-Cottrell ne peuvent pas glisser dans le plan de l'empilement.

Les photos 29 à 32, 38 et 39 représentent vraisemblablement des interactions de ce type. Les segments de dislocations de Lomer-Cottrell sont l'apparence de segments noirs, parallèles à la direction $[110]$. Sur chacune de ces photos figurent plusieurs systèmes sécants.

PLANCHE 8 - INTERACTIONS DE DISLOCATIONS



UA6 Mn 2

Photo 25



UA6 Mn 2

Photo 26



UA6 Mn 2

Photo 27



UA3 déformé 4 %

Photo 28

PLANCHE 9 - INTERACTIONS DE DISLOCATIONS - CREATION DE BARRIERES DE LOMER-COTTILLI

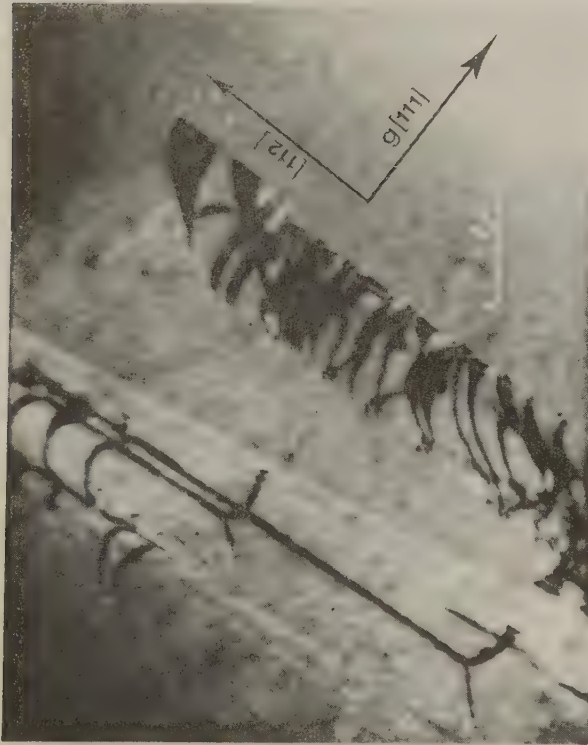


Photo 29 UA6 déformé à 400°C

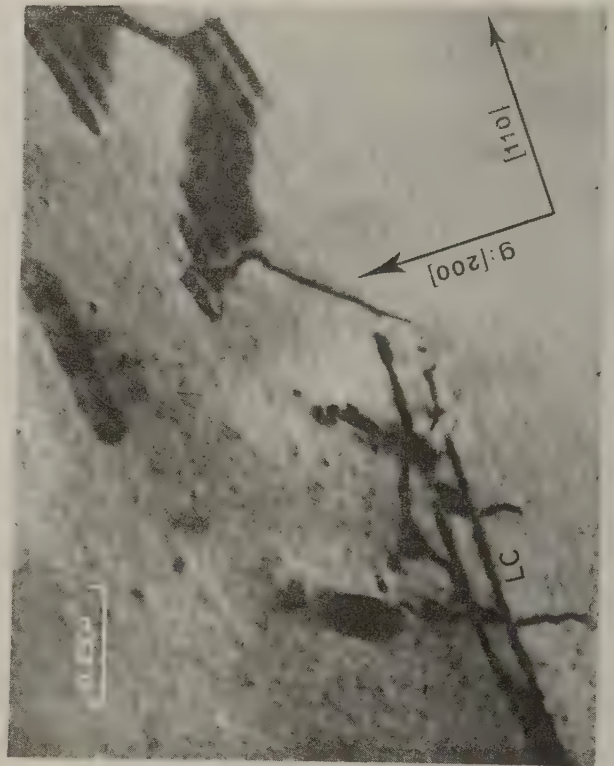


Photo 30 UA6 N° 3

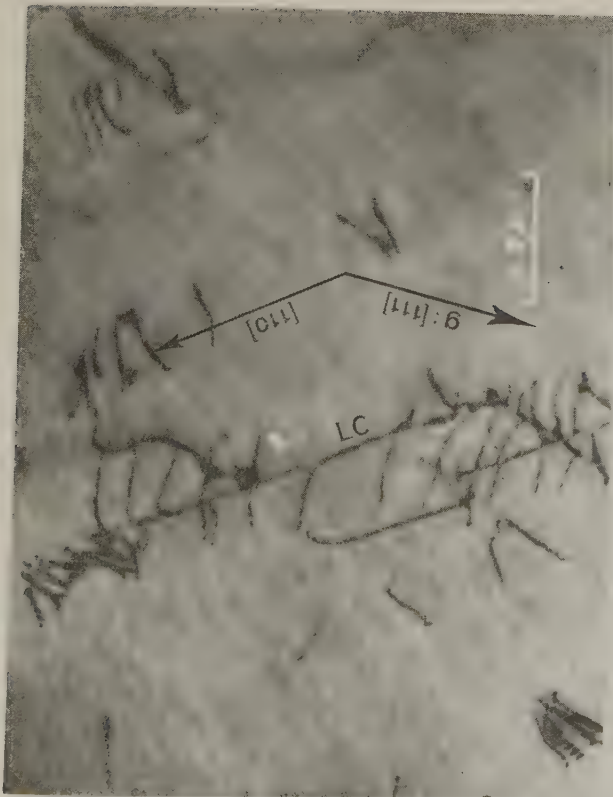


Photo 31 UA6 Mn 2

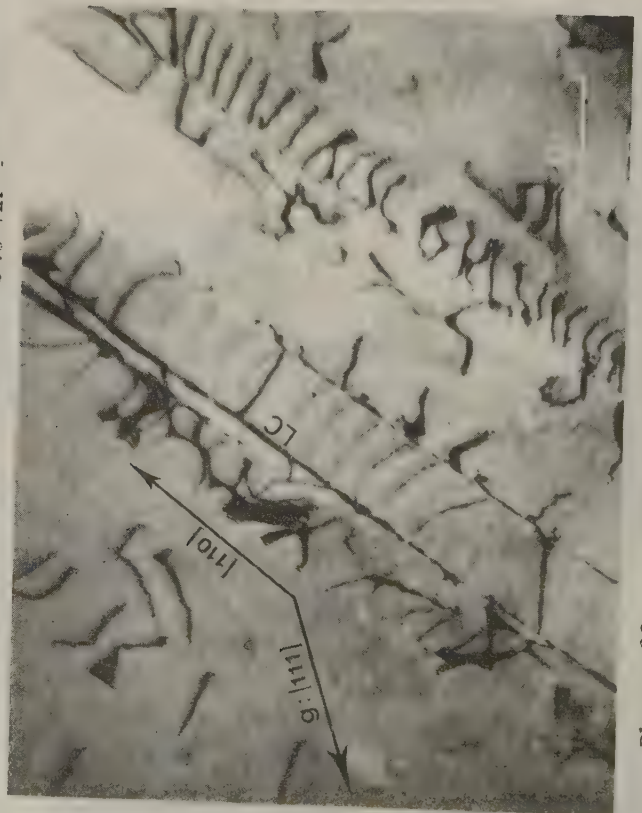


Photo 32 UA6 Mn 2

PLANCHE 10 - INTERACTIONS DE DISLOCATIONS ET DE RUBANS

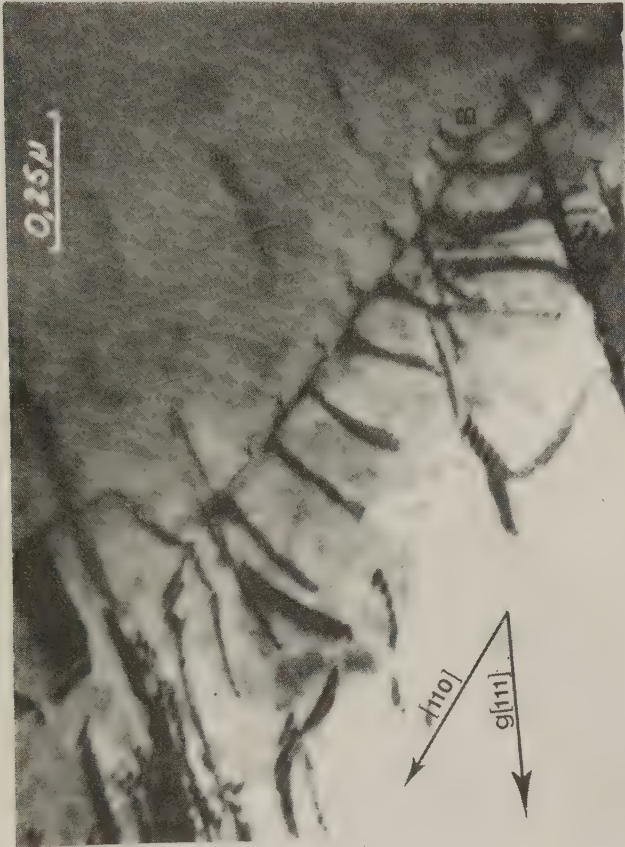


Photo 33 - Interactions de rubans
de dislocations UA8 recuit



Photo 34 - Interactions complexes
UA8 recuit

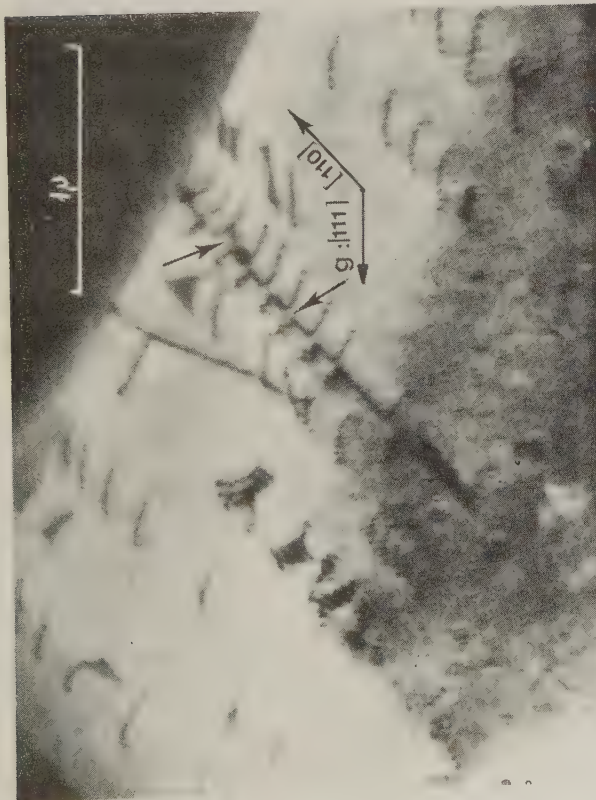


Photo 35 - Annihilation de segments
de dislocations UA6 Fe2 recuit

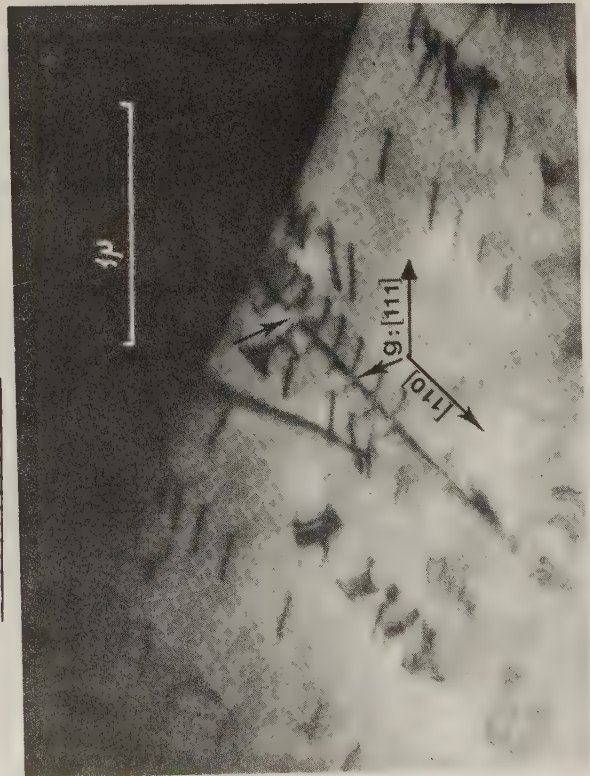


Photo 36 - Même zone que la photo 35 - UA6 Fe2 recuit

PLANCHE 11 - INTERACTIONS DE DISLOCATIONS ET DE RUBANS



Photo 37

UA8 déformé 4 %

PLANCHE 11 bis - INTERACTIONS DE DISLOCATIONS ET DE RUBANS

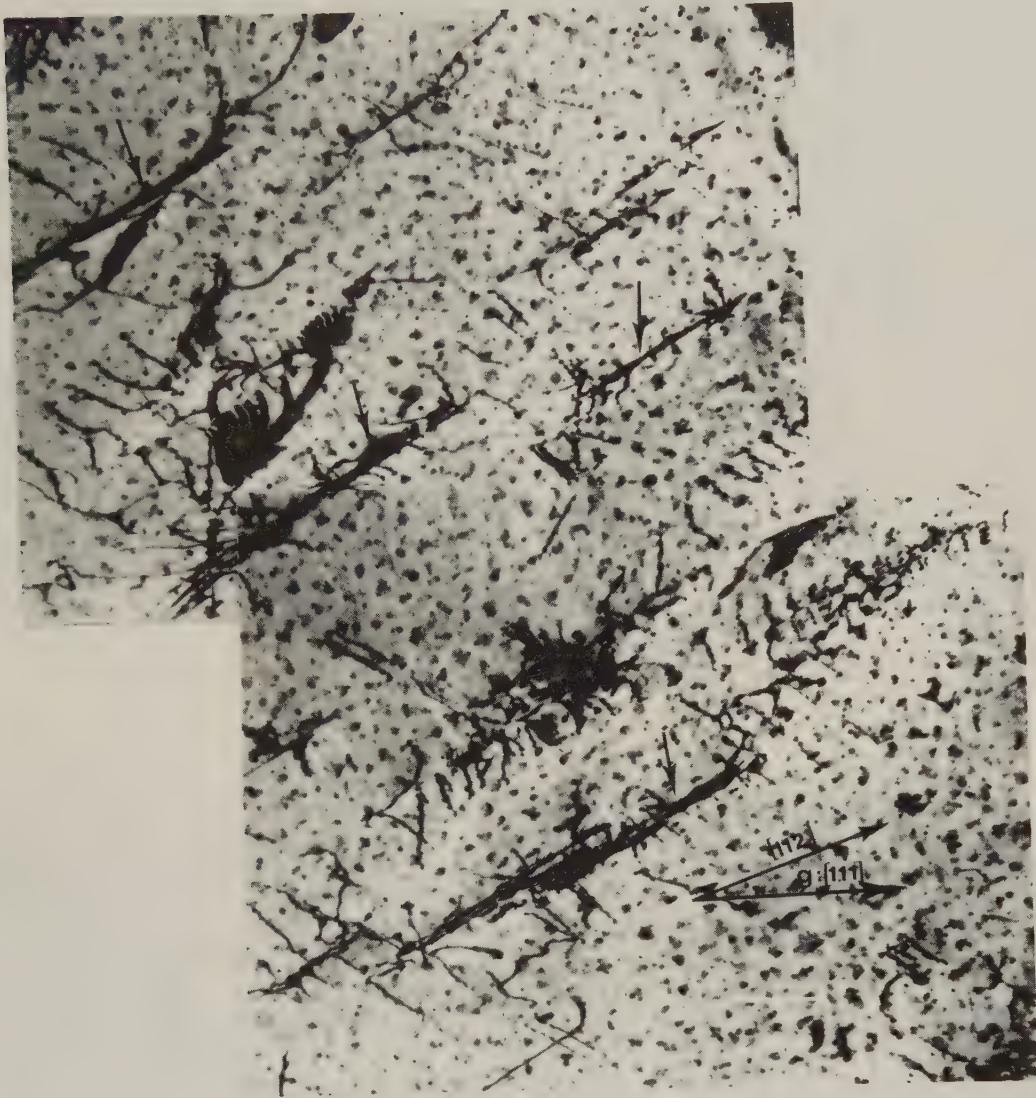


Photo 38

UA6 Mn 4

PLANCHE 12 - INTERACTIONS DE DISLOCATIONS ET DE RUBANS

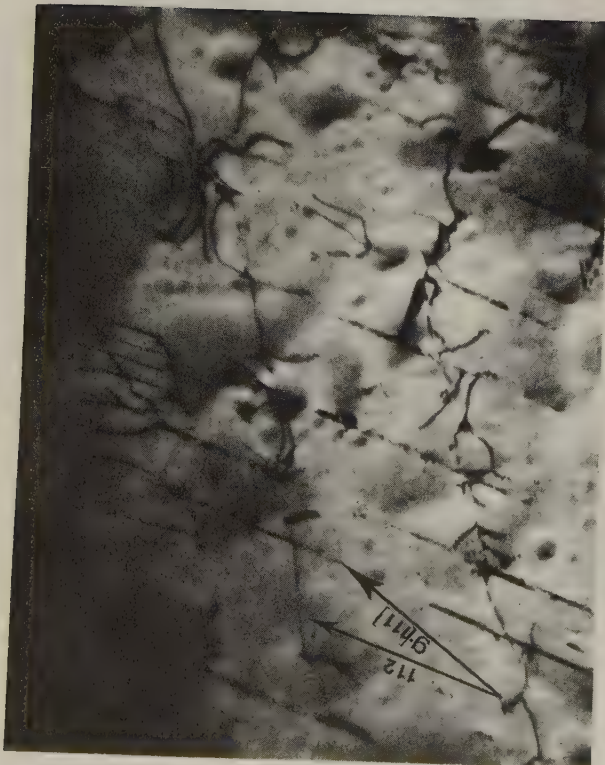


Photo 41

UA6 Ni 1 déformé 0,5 %

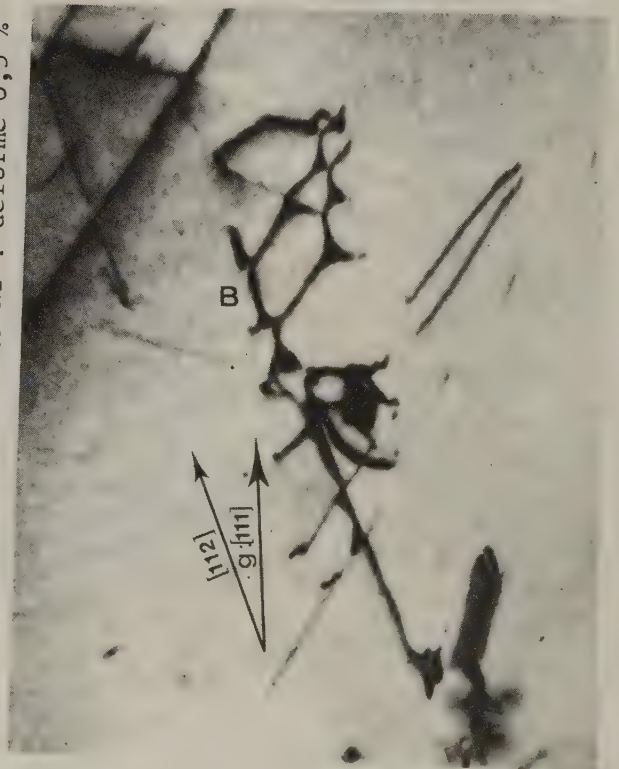


Photo 42 - Noeuds en réseau

UA6 Ni 3

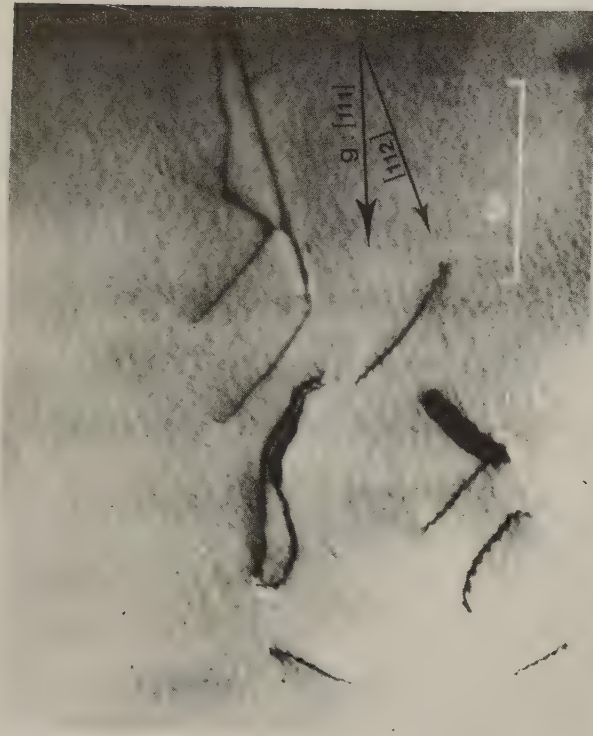


Photo 39.

UA6



Photo 40

UA6 Ni 2

PLANCHE 13 - RÉSEAUX DE NOEUDS

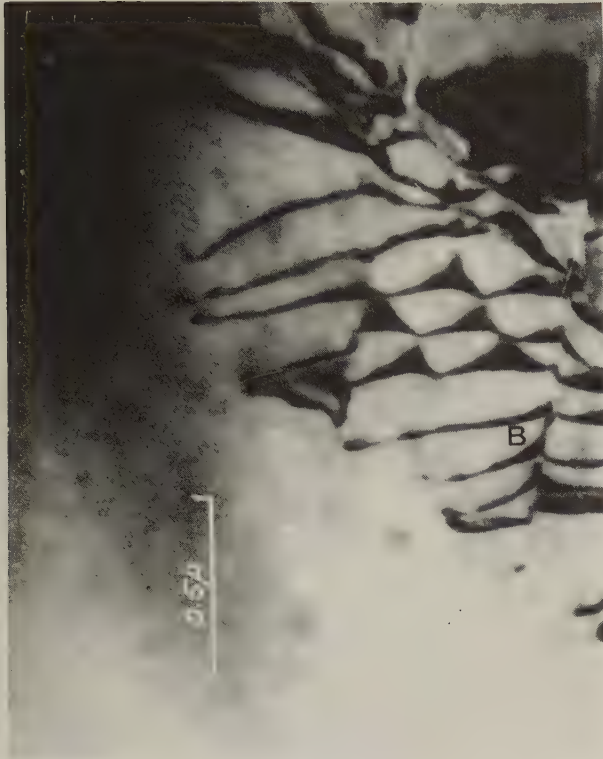


Photo 43 UA8



Photo 44 UA8

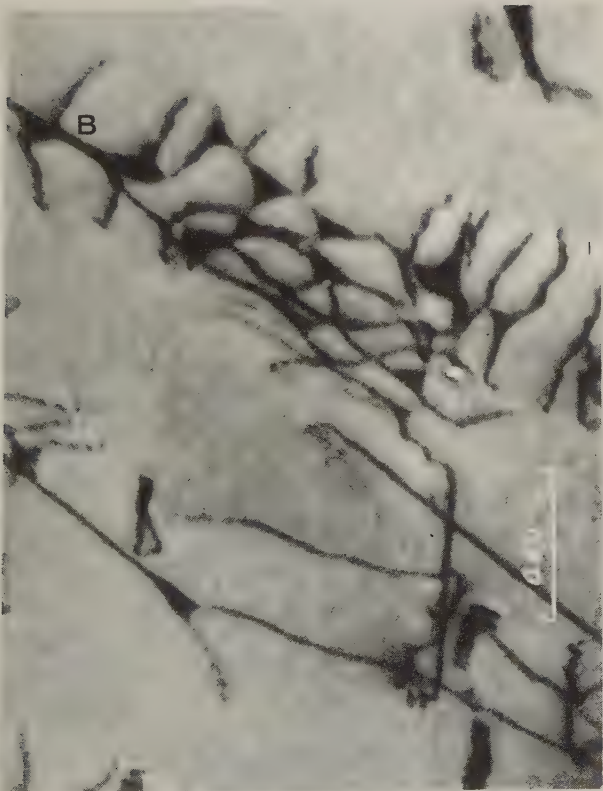
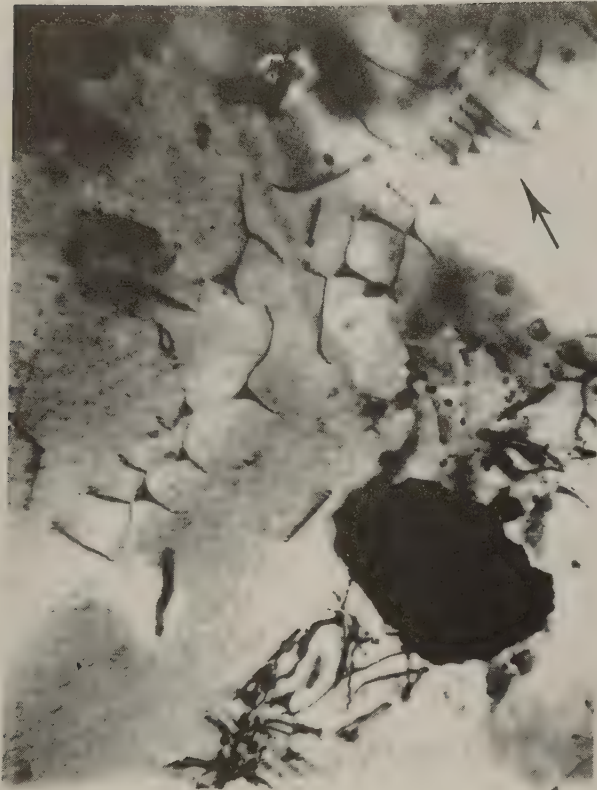


Photo 45 UA6 Mn 2



Photo 46 UA6 Mn 1 déformé 1 %

PLANCHE 14 - RESEAUX DE NOEUDS - ARRANGEMENTS HEXAGONAUX



UA6 Ni 3

Photo 47 - Réseau de noeuds



Photo 48 - Arrangement hexagonal UA6 Ni 3



Photo 49 - Arrangement hexagonal UA8 déformé 4%

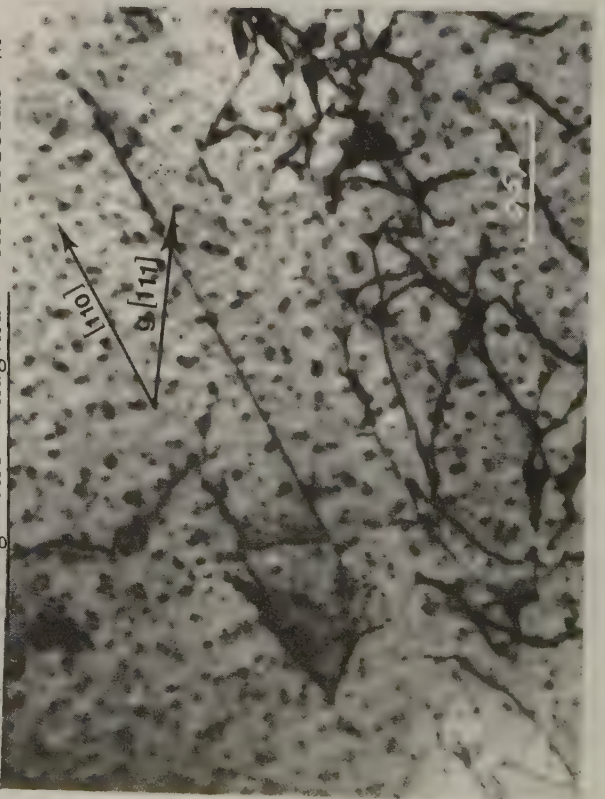


Photo 50 - Réseau de noeuds UA6 Mn 4

PLANCHE 15 - INTERACTIONS DE DISLOCATIONS ET DE RUBANS



Photo 51

UA6 Mn 2



Photo 52

UA6 Mn 2

PLANCHE 16

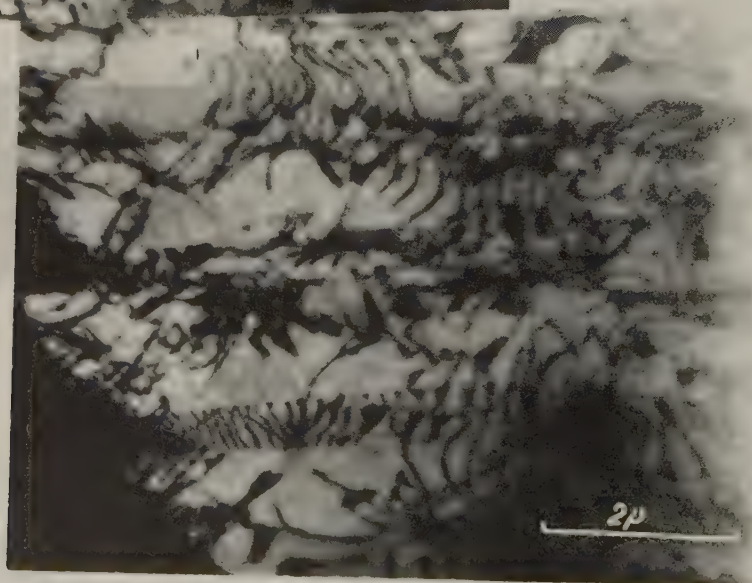
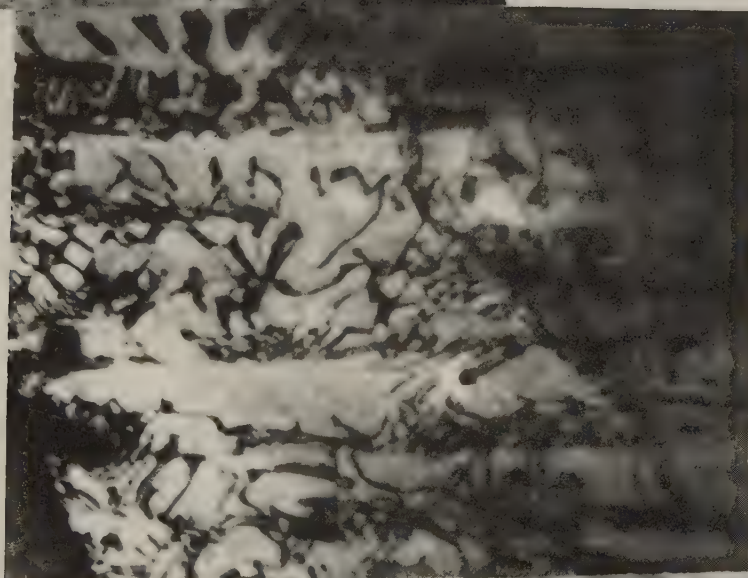
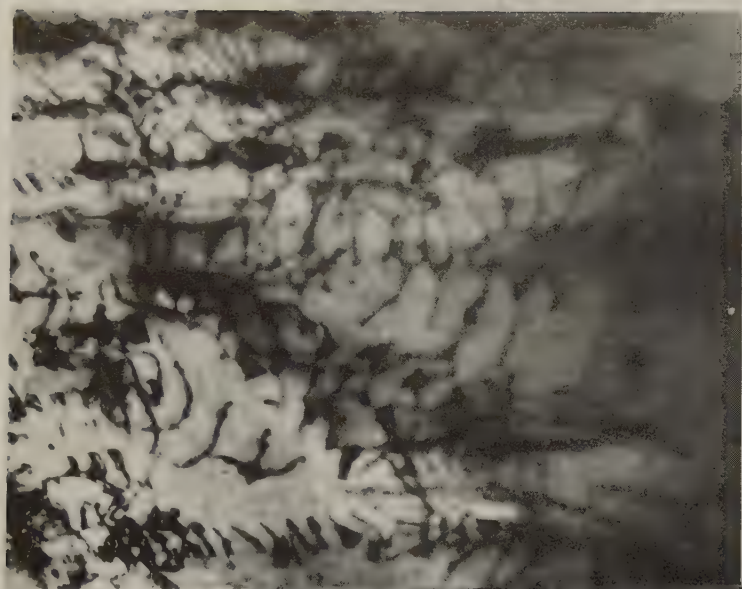
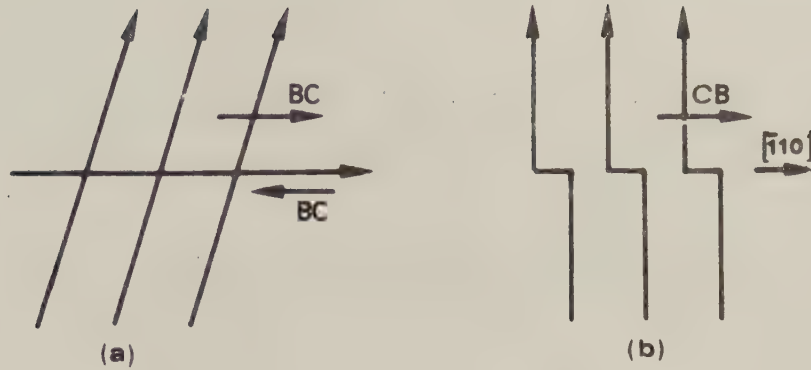


Photo 53. - Arrangements complexes de dislocations

UA6 Ni 2 déformé 0,5 %

CAS N°4



Cas n°4 - Interaction de dislocations

Fig. 19

Là, un empilement de dislocations est coupé par une dislocation vis de vecteur de Burgers opposé (a). C'est la naissance d'un arrangement du type (b). La dislocation "sécante" est annihilée en petits segments de dislocations suivant la direction $[110]$. Ceci est particulièrement visible sur les photographies n°35 et 36 qui représentent la même zone, mais photographiées avec deux vecteurs de diffraction différents. On y voit clairement les segments de dislocations qui ont été annihilés, dont quelques uns sont repérés par des flèches. On remarquera également sur le cliché n°35 les fines précipitations de fer, semblables à des boucles donnant une ligne de non contraste perpendiculaire au vecteur de diffraction $\vec{g}$.

3.3.3 - Interaction de rubans de dislocations (ou de dislocations dissociées)

Les deux dislocations partielles bordant deux zones de faute d'empilement dans deux plans de glissement sécants peuvent se combiner et former une Stair-Rod (cf § 3.2.2 - 1). La configuration résultante peut être stable ou instable suivant les dispositions relatives des vecteurs de Burgers des dislocations qui se combinent. Nous allons reprendre les mêmes cas que précédemment et étudier les configurations ainsi formées.

CAS N°1 Vecteurs de Burgers à 90°

Dans ce cas, il n'existe aucune interaction à longue distance. L'arrangement est formé de :

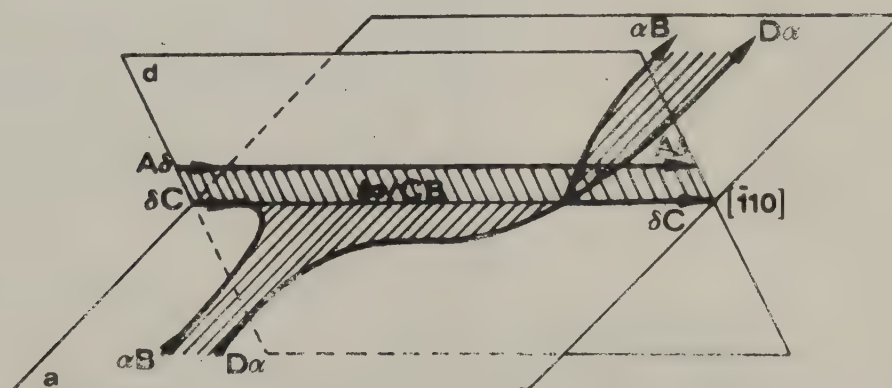
- une dislocation coupée sur le plan (a) de vecteur de Burgers

$$DB = D\alpha + \alpha B$$

- une dislocation sécante sur le plan (d) de vecteur de Burgers

$$AC = A\delta + \delta C$$

$D\alpha$ et αB sont les deux partielles appartenant au plan (a), de même pour $A\delta$ et δC qui appartiennent au plan (d).



Cas n°1 - Interaction

Fig. 20

Sur la figure ci-dessus nous avons figuré schématiquement un exemple de cette interaction dans le cas où il y a une attraction à courte distance. Les rubans $D\alpha$ αB et $A\delta$ δC sont respectivement dans les plans (a) et (d).

Notons que la Stair-Rod $\delta C/CB$ a un vecteur de Burgers égal à deux fois la longueur du segment joignant les milieux de $\delta\alpha$ et de CB . Bien qu'il n'y ait pas d'attraction à longue distance, l'attraction à courte distance entre les partielles δC et αB peut donner naissance à la Stair-Rod notée $\delta\alpha/CB$.

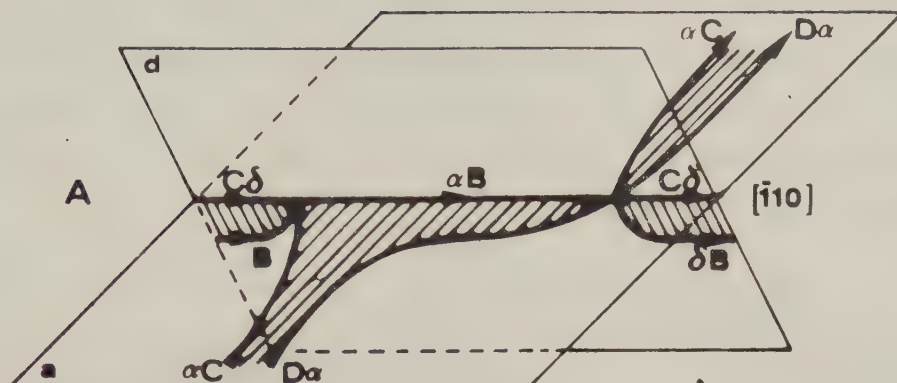
De telles interactions sont rares mais nous pensons que l'empilement représenté sur la photographie n°33 peut être de ce type.

CAS N°2 Vecteurs de Burgers à 120°

Les dislocations ne peuvent pas former de barrières de Lomer-Cottrell.

L'arrangement est alors le suivant :

Cas n°2A : La dislocation "coupante" peut glisser dans le plan de la dislocation "coupée".



Cas n° 2A - Interaction

Fig. 21

- . une dislocation "coupée" dans le plan (a) de vecteur de Burgers

$$DC = D\alpha + \alpha C$$

- . une dislocation "coupante" dans le plan (d) de vecteur de Burgers

$$CB = C\delta + \delta B$$

On peut distinguer trois stades dans l'interaction :

- (a) 1er stade : $C\delta$ & δB sont absorbés par la dislocation αC .
- (b) 2ème stade : La dislocation αB glisse sur le plan (a), et le noeud marqué d'une flèche est formé par la tension de ligne de $D\alpha$ αC .
- (c) 3ème stade : La configuration finale forme des noeuds alternativement étendus et contractés.

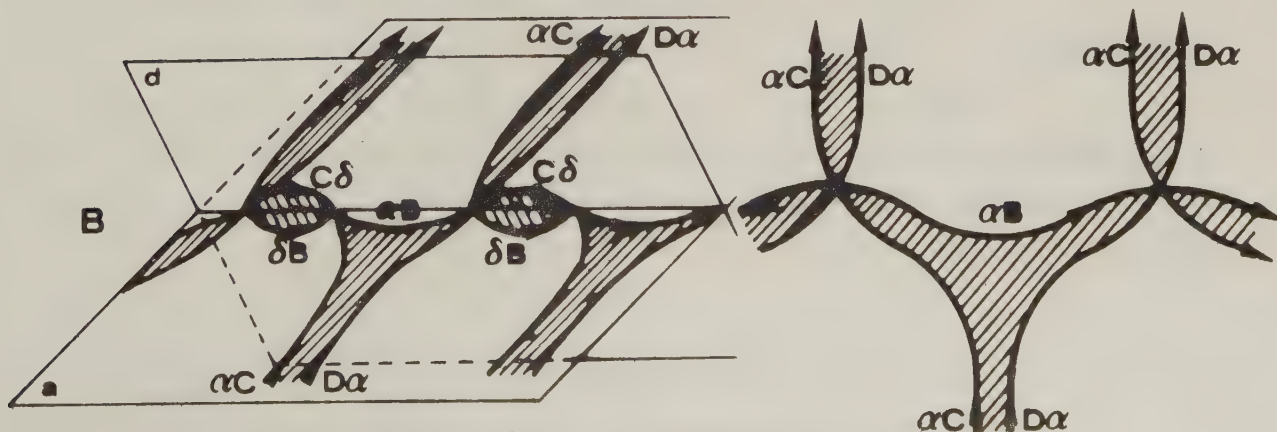
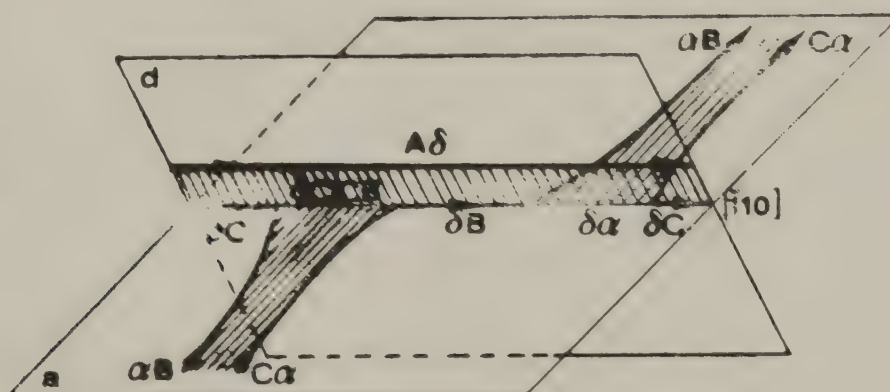


Fig. 22 - Cas n°2A - Interaction

Les configurations de ce type sont plus fréquemment rencontrées, et les photographies 42 à 47 et 51 illustrent parfaitement le cas de ces réseaux à noeuds étendus P et contractés K. Sur la photographie n°47, par exemple, les dislocations empilées sont coupées par deux dislocations à l'endroit marqué par une flèche, alors qu'un seul système agit auparavant. Nous remarquons également un seul système sécant sur les photographies 44 et 46, et deux systèmes sur les photographies N°42, 43 et 45.

Cas n° 2B : Dans ce cas, la dislocation "coupée" peut glisser dans le plan de la dislocation "coupante".



Cas n° 2B - Interaction

Fig. 23

L'arrangement est formé :

- . d'une dislocation coupée sur le plan (a) de vecteur de Burgers

$$CB = C\alpha + \alpha B$$

- . d'une dislocation coupante du plan (d) de vecteur de Burgers

$$AC = A\delta + \delta C$$

En général, la configuration stable observée est celle de la figure 23.

Nous ne pouvons pas affirmer, dans ce cas, qu'une configuration est de ce type, car l'identification est difficile. Cependant, on peut penser que les zones B, sur les photographies 42, 43 et 45, sont de ce type, ainsi que sur la photographie 33.

CAS N°3 Vecteurs de Burgers à 120°

Les dislocations peuvent former des barrières de Lomer-Cottrell.

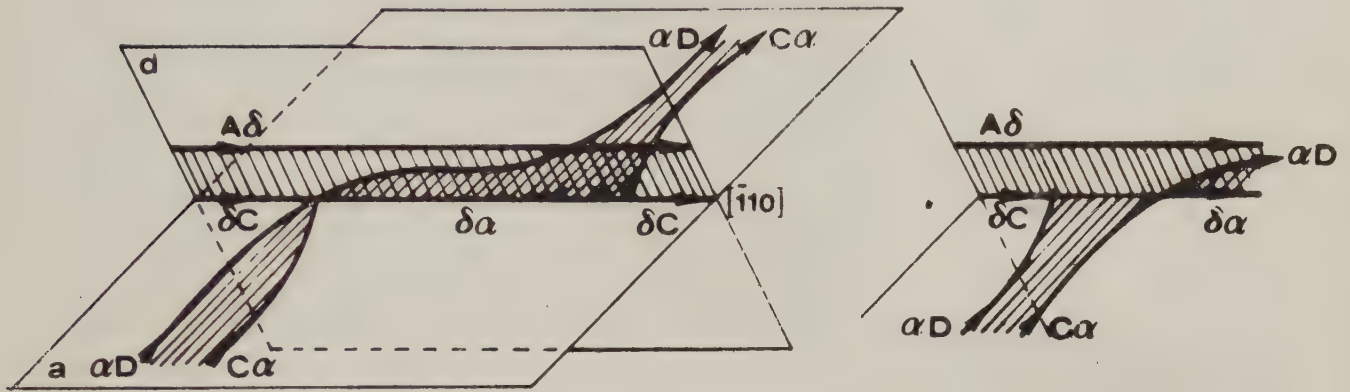
L'arrangement est formé de :

- une dislocation coupée dans le plan (a) de vecteur de Burgers

$$CD = C\alpha + \alpha D$$

- une dislocation sécante dans le plan (d) de vecteur de Burgers

$$AC = A\delta + \delta C$$



Cas n°3 - Interaction

Fig. 24

En (I) la partielle δC attire la partielle $C\alpha$ et forme une Stair-Rod $\delta\alpha$. Deux types de noeuds apparaissent ; ils sont donnés en (I) et (II). La différence est très difficile à faire avec le cas n°1, où les vecteurs de Burgers sont à 90° . Aussi, la photographie n°33 peut aussi bien représenter ce type d'arrangement.

CAS N°4 Vecteurs de Burgers à 180°

Les dislocations s'annihilent à l'intersection des plans de glissement.

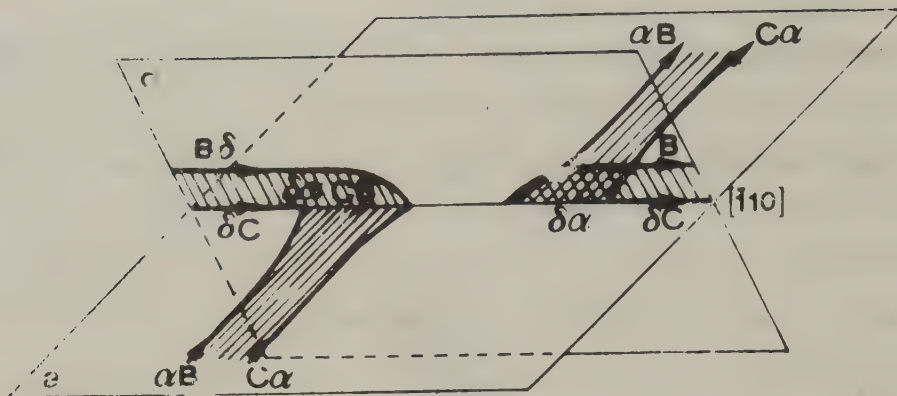
L'arrangement est formé de :

- une dislocation coupée dans le plan (a) de vecteur de Burgers

$$CB = C\alpha + \alpha B$$

- une dislocation sécante dans le plan (d) de vecteur de Burgers

$$BC = B\delta + \delta C$$



Cas n°4 - Interaction

Fig. 25

La configuration obtenue est celle de la figure 25. Les noeuds sont glissiles, c'est-à-dire qu'ils peuvent glisser le long de la ligne d'intersection des plans de glissement ; ce qui pourra donner lieu à une annihilation par paire dans le cas d'un empilement. Il ne figure aucune configuration de ce type sur nos micrographies.

° ° °

L'analyse de ces différents cas, qui sont les plus simples, nous a permis de constater l'extrême difficulté de l'interprétation d'une photographie. Les clichés 25, 28, 34, 37, 38, 40, 50, 52 et 53 montrent des configurations encore plus complexes, pour lesquels une explication détaillée est pratiquement impossible.

3.3.4 - APPLICATION : Configurations particulières

Les cas bien particuliers des noeuds triples des rubans doubles de dislocations dissociées sont étudiés en détails au chapitre 4. Nous en donnons quelques exemples sur les clichés 54 à 63. Les configurations de noeuds triples ou de rubans doubles isolées sont assez rares (59 et 60). Elles sont souvent associées respectivement à d'autres noeuds (54, 55, 57) et à d'autres rubans doubles (61, 62, 63) ou bien forment des configurations dans lesquelles les deux sortes sont réunies (56, 58).

Notons, à propos (cf. chap. 4) de la photographie n°59 d'un noeud isolé, que le vecteur de diffraction utilisé $|111|$ donne bien un noeud en contraste sur lequel :

PLANCHE 17 - NOEUDS TRIPLES

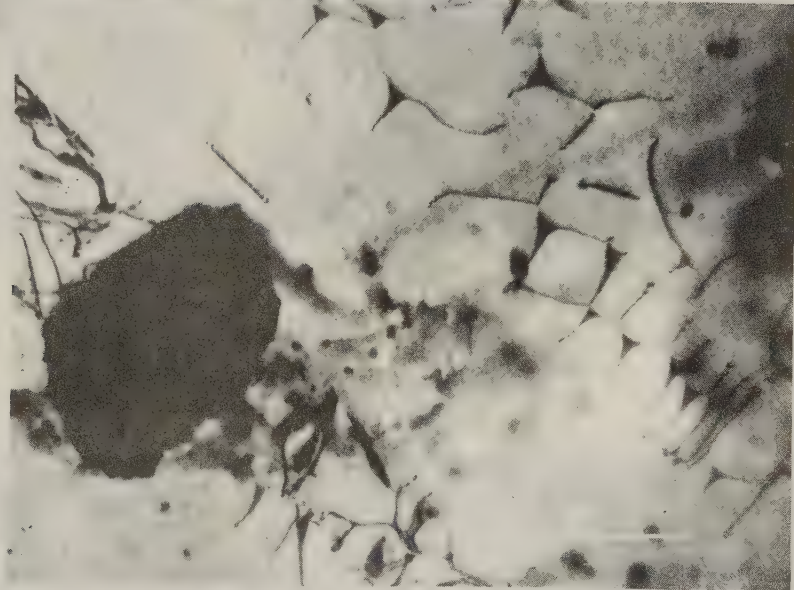


Photo 54

UA6 Ni 3

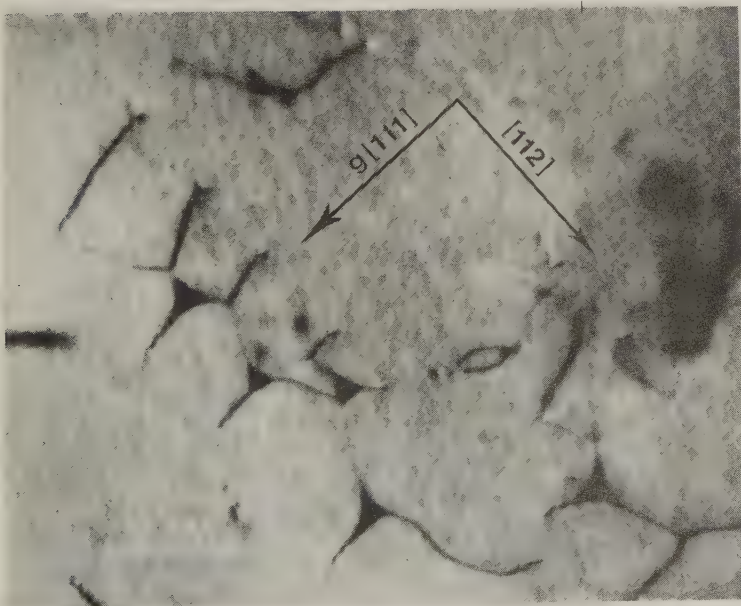


Photo 55

UA6 Ni 3

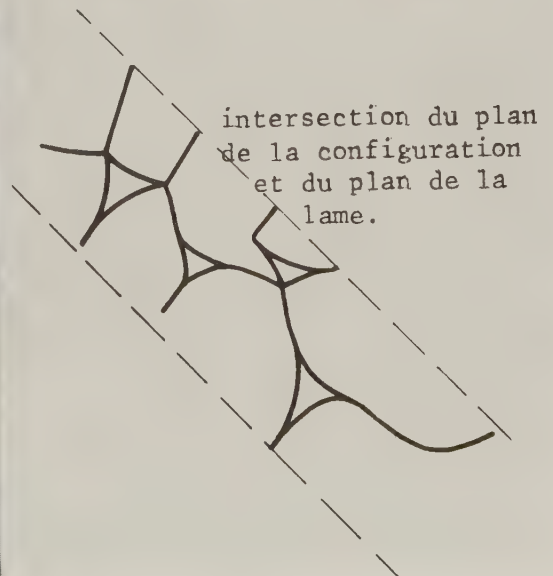


Fig. 26 - Détail de
la photo 55

PLANCHE 18



Photo 58 - Réseau de noeuds
et de rubans (UA6 déformé 4 %)

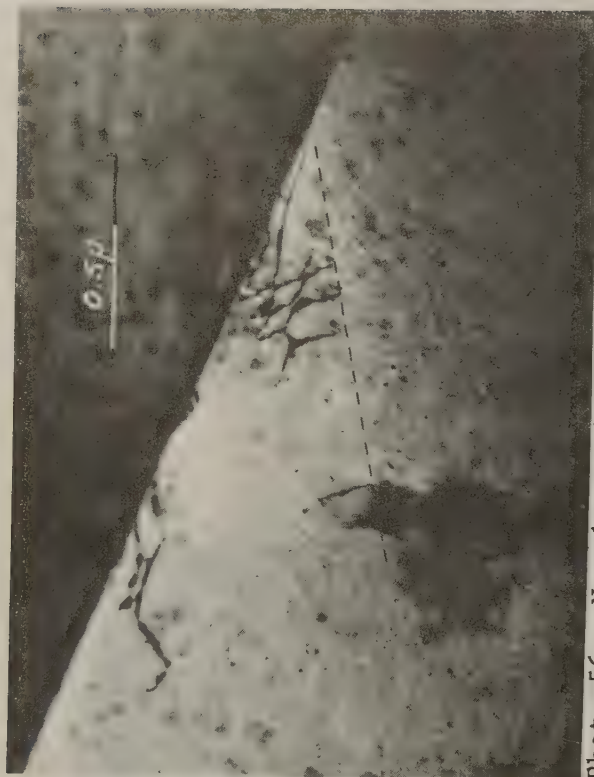


Photo 56 - Noeuds + rubans (UA5 déformé 4 %)

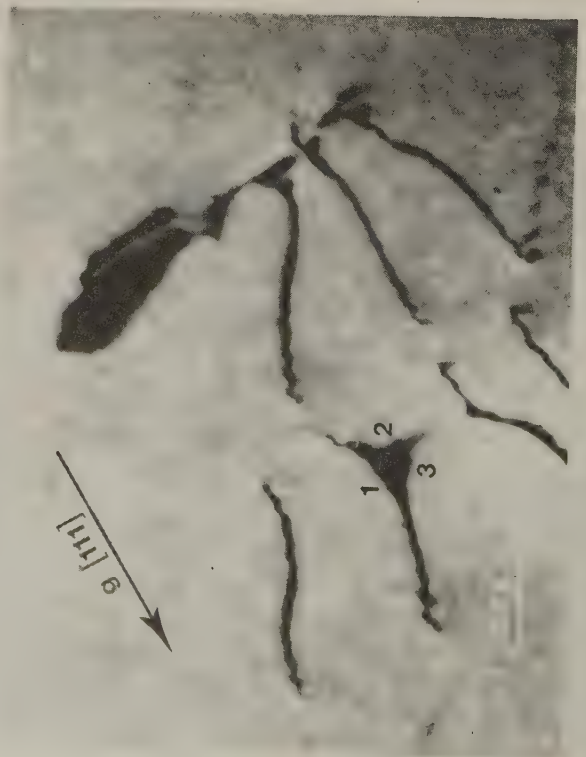


Photo 59 - Noeud isolé (UA6 Ni 3)



Photo 57 - Réseau de noeuds (UA5 recuit)

PLANCHE 19



Photo 60 - Ruban isolé (UA6 Ni 3)



Photo 61 - Réseau de rubans UA6 Mn 1



Photo 62 - Réseau de rubans UA6 Mn 1

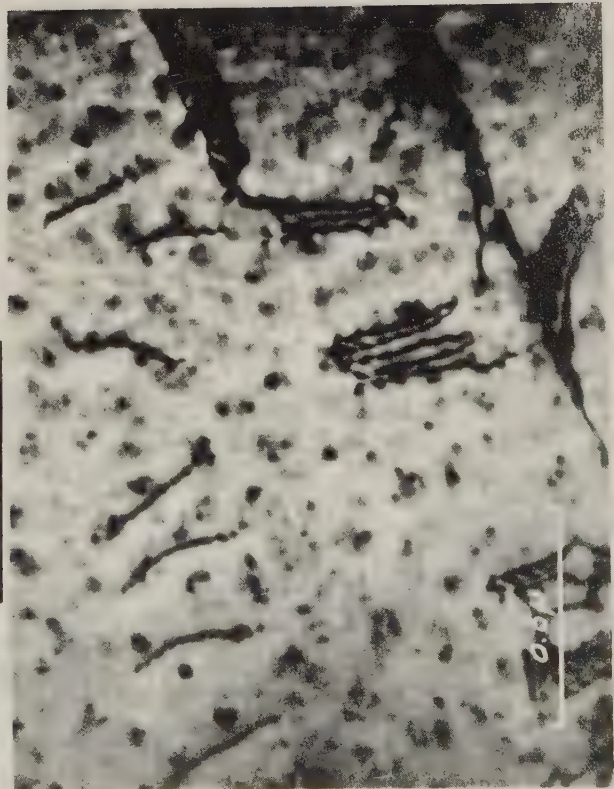


Photo 63 - Rubans UA6 Mn 4

- une dislocation partielle est nette, pour laquelle $|\vec{g} \cdot \vec{b}| = 1$ (n°1)
- 2 dislocations partielles sont floues, pour lesquelles $|\vec{g} \cdot \vec{b}| = 1/3$ (n°2 et 3)

3.4 - OBSERVATIONS DES DEFAUTS D'EMPILEMENT -

La nature des fautes d'empilement est discutée en détails au § 4.4. Nous nous intéresserons ici seulement au contraste de ces défauts ainsi qu'à la manière de distinguer un défaut intrinsèque d'un défaut extrinsèque. Il existe plusieurs types de défauts cristallins donnant comme image un système de franges. Nous ne reprendrons pas toute la théorie de la diffraction par un cristal qui est expliquée dans de nombreux ouvrages.

SAADA range ces défauts en trois catégories :

- a) défauts introduisant un déphasage simple :
 - . défauts d'empilement qui introduisent un déphasage de $\pm \frac{2\pi}{3}$
 - . limites d'antiphases qui introduisent un déphasage de $\pm \pi/2$ ou de $\pm \pi$
- b) plans d'accolement de deux cristaux (joints de grains, joints de macles)
- c) joints de macles susceptibles de diffracter dans des conditions voisines (par exemple : parois de domaines ferromagnétiques).

L'étude d'un système de frange en fond clair et en fond noir permet de déterminer sa nature exacte. Notons tout d'abord que les observations doivent se faire dans les conditions d'application de la théorie à deux champs d'onde.

Il convient en premier lieu de faire la distinction entre un défaut d'empilement et une limite d'antiphase à 180° . Si l'on se reporte au tableau ci-dessous, on se rendra compte que celle-ci est facile et sans ambiguïté.

	Défaut d'empilement : $= \pm 2\pi/3$	Limite d'antiphase : $= \pm \pi$
Fond clair	Symétrique	Symétrique
Fond noir	Asymétrique	Symétrique
Complémentarité	non	oui
Frange caractéristique	Première	Médiane

PLANCHE 20 - DEFAUTS D'EMPILEMENT



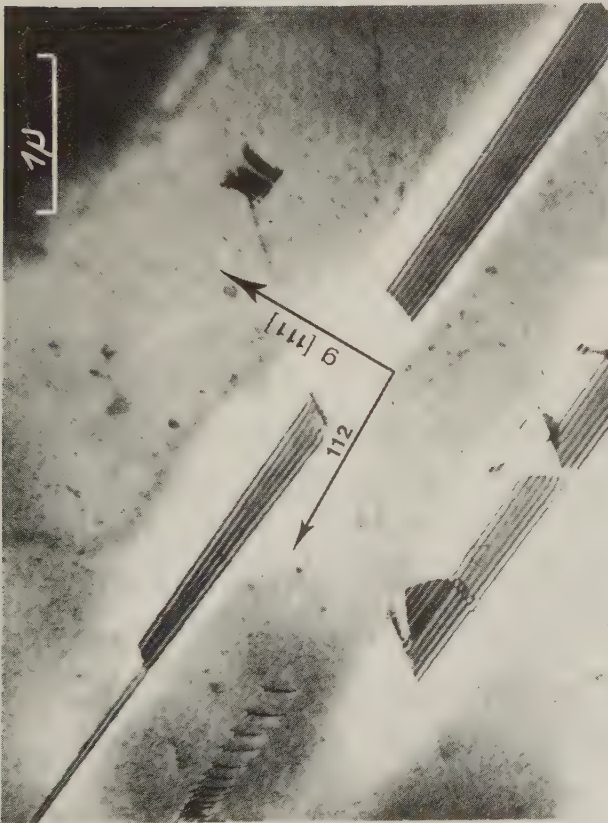
UA8 recuit

Photo 64



UA8 recuit

Photo 65



UA8 recuit

Photo 66



UA8 recuit

Photo 67

On peut voir qu'en champ noir les franges extrêmes sont de natures différentes pour un défaut d'empilement et que les images en fond clair et en fond noir ne sont pas complémentaires. Enfin, le dédoublement des franges se fait par le centre dans un défaut d'empilement, et par le bord pour une limite d'antiphase.

Connaissant les images en fond clair et en fond noir d'un défaut d'empilement, nous pourrions alors déterminer sa nature intrinsèque ou extrinsèque à l'aide des règles suivantes :

- La nature de la première frange d'un défaut observé dans les conditions de Bragg est déterminée par le signe de α . Elle est blanche si $\alpha > 0$ ($\alpha \neq \pi$).

- De plus, la frange près de la face d'entrée est de même nature en fond clair et en fond noir, et celle près de la face de sortie est pseudo-complémentaire dans ces deux cas.

Nous pouvons ainsi nous ramener à l'un des cas de la fig.27. Les vecteurs de diffraction généralement utilisés sont du type $|111|$, $|200|$, $|220|$ et $|222|$.

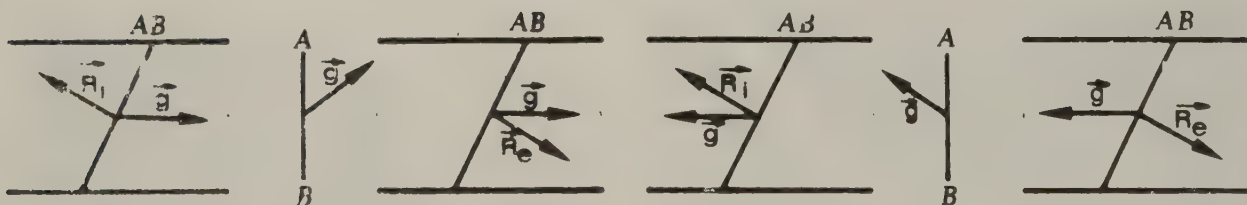


Fig. 27

R_i et R_e désignent les déplacements correspondant aux défauts intrinsèques et extrinsèques. AB est l'intersection du défaut avec la lame.

Pour ces vecteurs, il est possible de dresser le tableau qui nous renseignera exactement sur la nature du défaut en opérant comme suit :

- 1 - Dans les conditions de Bragg et d'approximation des deux ondes, obtenir une image en fond clair et une image en fond noir à l'aide de la tache diffractée.

- 2 - Identifier le vecteur g et l'orienter correctement.

3 - Déterminer la face d'entrée du défaut et l'orienter suivant la fig. 27.

4 - Déterminer si $\vec{g}$ est à droite ou à gauche de AB

5 - Se reporter au tableau.

Vecteur de diffraction	Orientation de	Nature du défaut	
		1ère frange	
		Blanche	Noire
111	G	I	E
	D	E	I
200	G	E	I
	D	I	E
220	G	I	E
	D	E	I
222	G	E	I
	D	I	E

Notons encore que GEVERT, ART et AMELINCKX (1963) ont introduit deux classes de vecteurs g :

- 1 - classe A où $\begin{cases} \alpha \text{ est négatif si } \cos(\vec{g}, \vec{R}) = \cos \beta > 0 \\ \alpha \text{ est positif si } \cos(\vec{g}, \vec{R}) < 0 \end{cases}$
- 2 - classe B où $\begin{cases} \alpha \text{ est positif si } \cos(\vec{g}, \vec{R}) > 0 \\ \alpha \text{ est négatif si } \cos(\vec{g}, \vec{R}) < 0 \end{cases}$

Les photographies 64 à 68 et 75 montrent des défauts d'empilement dans des alliages binaires. Le saut de contraste observé sur le cliché 67 est certainement dû à la présence d'une dislocation dans un plan voisin. Les dislocations partielles bordant certaines zones de défauts d'empilement sont visibles sur les photos 64 et 67, marquées par une flèche. Les extinctions de certaines parties du défaut de la photo 65 sont probablement dues à une superposition de défaut comme nous allons le voir.

PLANCHE 21 - DEFAUTS D'EMPILEMENTS

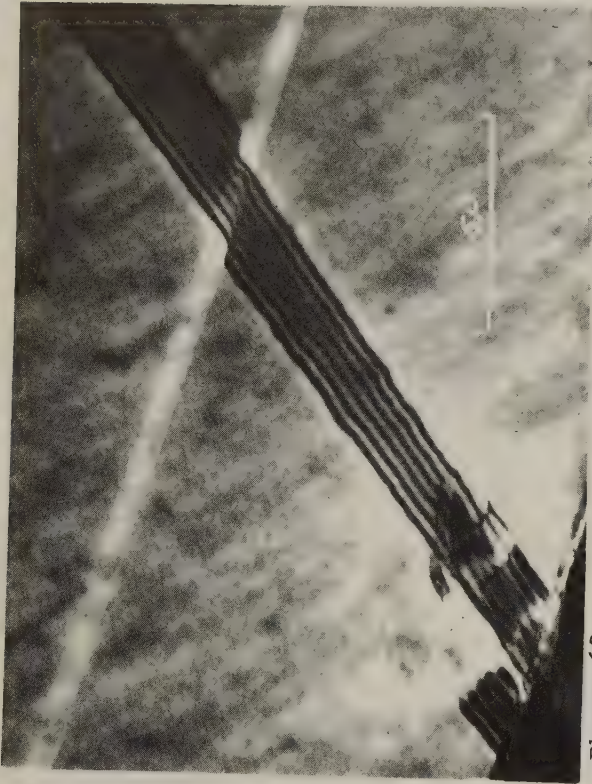


Photo 68 UA6 déformé 4%

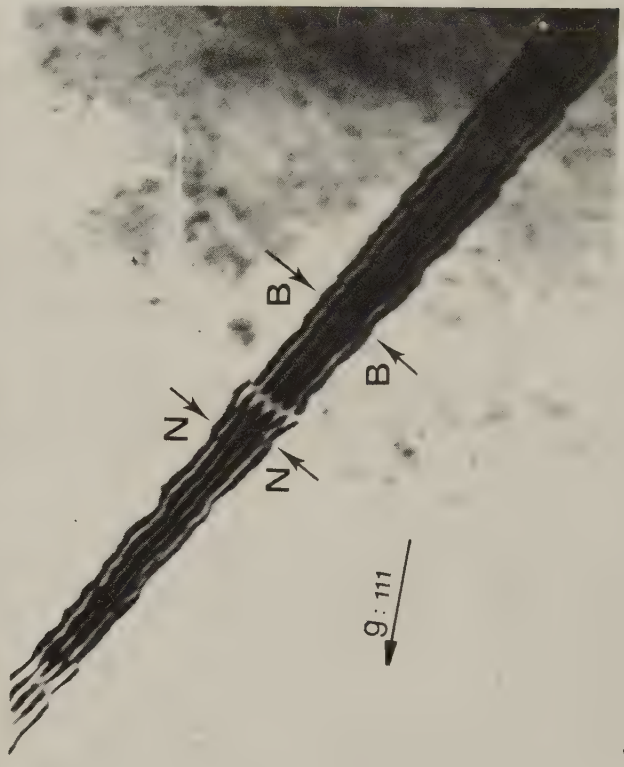


Photo 69 UA6 déformé 4 %



Photo 70 UA8 déformé 4 %

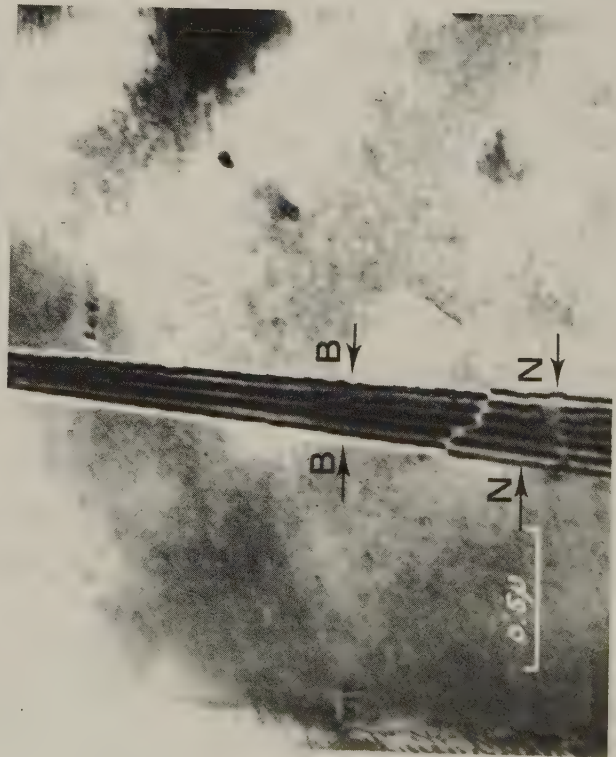


Photo 71 UA6 déformé 4 %

Cas de défauts superposés -

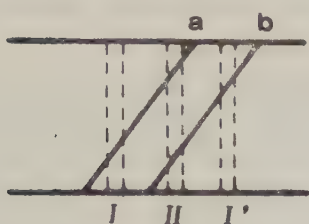


Fig. 28 - Défauts superposés

Lorsque l'on considère le cas de deux défauts qui se chevauchent, pour chaque colonne (I) ou (I'), le contraste est bien sûr le même que pour un seul défaut. Mais, pour le calcul du contraste de colonnes telles que (II), il faut tenir compte du déphasage apporté par chacun des défauts.

On peut alors avoir, soit un effacement du système de franges, soit une superposition selon la nature et les conditions d'observations (exemple fig. 74).

Par exemple, si le déphasage $\alpha = 2\pi/3$ pour chacune des fautes a et b, il sera de $4\pi/3$ pour l'ensemble des deux. Il y a inversion des franges extrêmes. On peut en voir deux exemples sur les photographies n°69 et 70.

De même, trois fautes superposées de ce type ne donnent plus aucun contraste. Il faut envisager également le cas de plusieurs fautes superposées qui donneront un contraste alterné. Sur les figures 72 et 73, nous avons marqué d'une flèche quelques changements de contraste dus à ces superpositions. Ce type de superpositions nombreuses est souvent observé dans les alliages où apparaît un maclage.

Cas de défauts sécants -

Dans le petit volume entourant l'intersection, les déphasages s'ajoutent. L'intersection se comporte ainsi comme un défaut avec un déphasage de 2α (ou $-\alpha$). Deux cas sont possibles. On peut les voir sur les photographies 76 et 76 bis :

- en A, une frange centrale blanche à l'intersection des deux défauts et des trainées parallèles à celle-ci ;
- en B, une frange centrale blanche et une superposition des deux systèmes (GEVERS, JOUFFREY et COLS).

3.5 - Observations de dipôles de dislocations et de dislocations multipôles

Les dipôles de dislocations sont formés de deux dislocations de signes opposés, sur des plans de glissement parallèles. Ils sont fréquemment

observés dans les cristaux déformés. Un dipôle peut être, soit de type interstitiel, soit lacunaire. Il est caractérisé par les paramètres de déplacement D , de position θ et d'orientation ψ , angle entre la ligne de dislocation et son vecteur de Burgers (WASHBURN-CASS). Sa formation résulte de la présence de crans de dislocations, qui peuvent être produits soit par l'intersection de dislocation au cours de leur mouvement, soit par un double glissement dévié.



Fig. 29 - Type du dipôle

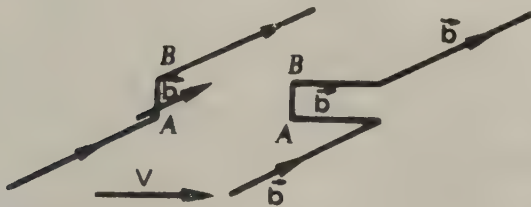


Fig. 30 - Création d'un dipôle

dipôle. Ce cas est fréquent lorsque le segment AB est assez long.

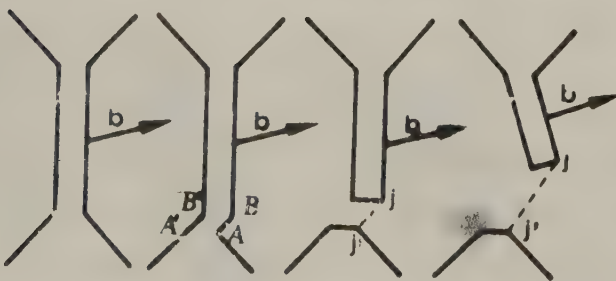


Fig. 31 - Création d'un dipôle

glisser le dipôle vers une orientation coin, et réduira sa longueur.

- Imaginons par exemple une dislocation vis (SAADA, KROUPA) comportant un cran AB, et supposons qu'elle glisse dans la direction V. Le cran ne peut pas se déplacer dans cette direction, il reste en place. La dislocation se modifie en conséquence afin de poursuivre son mouvement. Il y a création d'un

- Friedel explique le mécanisme de création d'un dipôle par glissement dévié de la manière suivante : une petite partie ABA'B' du dipôle se crée dans une position vis. Elle subit un glissement dévié et s'annihile par la formation de deux crans j et j'.

La tension de ligne fait ensuite

De longs dipôles de dislocations sont montrés sur les photographies 77 et 78, d'autres plus courts, plus compliqués et voisins comme sur les photographies 79 et 81 à 85. Mais ceux-ci peuvent entrer dans l'étude des dislocations multipôles.

Une dislocation multipôle est un arrangement de dislocations de même vecteur de Burgers, contenant un nombre égal de dislocations de chaque signe. Comme les dipôles, les multipôles sont souvent observés dans les cristaux

PLANCHE 24 - DIPÔLES DE DISLOCATIONS



UA6

Photo 77



UA6 Mn 2

Photo 78



UA4 déformé 4 %

Photo 79



UA8 recuit

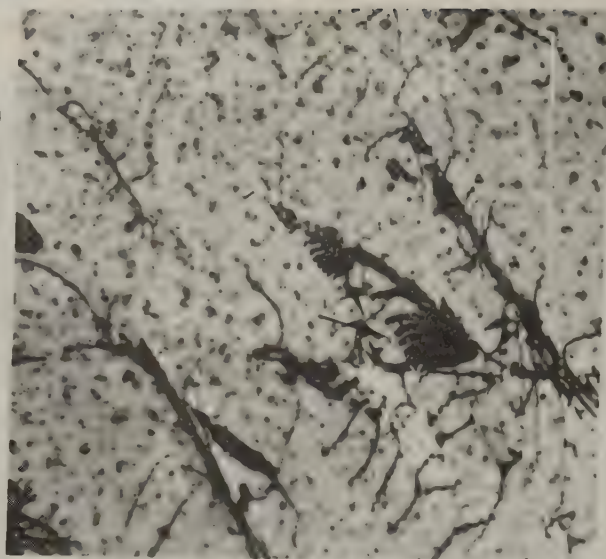
Photo 80 - Multipôles

PLANCHE 25 - DIPÔLES - MULTIPÔLES



UA6 Mn 2

Photo 81



UA6 Mn 4

Photo 82

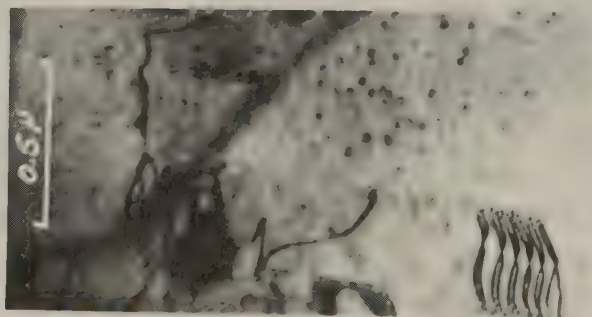


Photo 83 - UA5



UA6 Ni 3

Photo 84



UA6 Ni 3 déformé 1 %

Photo 85

déformés (HIRSCH et LALLY 1965). STEED et HAZZLEDINE ont observé des multipôles ordonnés dans des alliages Cu-Al, déformés dans le premier stade. Il est apparu, dans ces cas, que les dipôles sont formés par mécanisme de piégeage coin, de préférence à un "crantage de dislocation vis". HAZZLEDINE (1967) a étudié le mécanisme de formation de ces multipôles par l'interaction des boucles de dislocations émises par deux sources de FRANCK-READ, situées sur deux plans de glissement parallèles.

PANDE et HAZZLEDINE (1971) ont observé les arrangements de dislocations dans des monocristaux de Cu-Al, à 2 atomes % et 10 atomes % d'aluminium. Ils ont rencontré dans le premier alliage essentiellement des arrangements de dipôles (8 μ de long en moyenne), quelquefois amassés en petits groupes dans le plan de glissement primaire. A la fin du stade I, les amas sont plus nombreux. L'alliage à 10 at. % d'Al présente des dislocations libres espacées d'environ 5 μ , et des dislocations moins longues, plus rapprochées, en forme de multipôles plus ou moins ordonnées (photographies 91, 93), et des arrangements de dislocations non parallèles de signes opposés, donnant lieu à des dipôles de plus courte longueur (en A photographie 84). Ils ont remarqué (comme l'a fait BASINSKI dans le cuivre) que souvent les dipôles voisins se reforment sur le même plan de glissement dévié. Ceci est très net sur les photographies n°81 à 85 (marqués par les flèches).

Ils donnent quelques exemples de dislocations multipôles, sur lesquelles les dislocations changent de "voisines" une fois au cours de leur longueur.

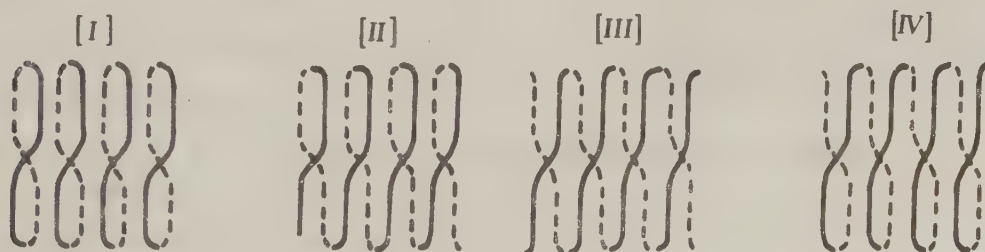


Fig. 32 - Dislocations multipôles

On peut penser que la configuration de la photographie 83 est du type (I). On distingue très bien sur les micrographies 86 à 88 un arrangement du type (II) ou (IV). Celui du cliché 86 est vraisemblablement de type hélicoïdal comme l'un des cas (II), (III) et (IV), mais on ne peut affirmer sans ambiguïté lequel. Enfin, les dislocations multipôles peuvent être régu-

lièrement espacées (photographies 89, 90, 91, 93, 93 bis) ou très serrées (en A, sur la photo 86) et donner lieu, à la limite, à un contraste semblable à une faute d'empilement (photographie 92).

3.6 - Phénomène de précipitations - Micromacles

A) Inclusions sphériques

Nous avons vu, au cours de l'examen du diagramme des cupro-aluminiums ternaires alliés au fer, que le fer est peu soluble dans la phase α et qu'il s'isole pour des teneurs supérieures à 1 %. Nos observations micrographiques des échantillons alliés au fer confirment ceci. Nous avons, en effet, décelé la présence, dans les alliages ternaires à 1 et 2 % de fer, de fins précipités que nous n'avons pas retrouvés dans les autres ternaires au manganèse et au nickel.

Le modèle le plus simple pour un précipité est représenté par une sphère dans une matrice isotrope infinie. Dans ce cas, le déplacement est purement radial (HOTT, NABARRO, 1940). Il est donné par $R_r = \frac{\epsilon R_o^3}{R^2}$ à l'extérieur

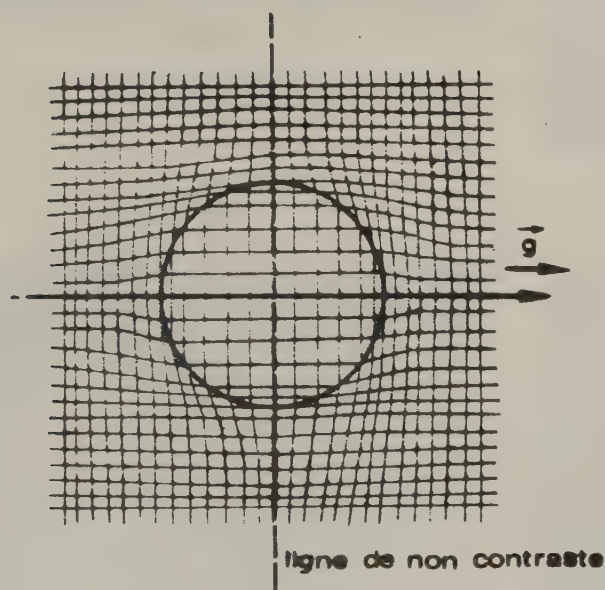


Fig. 33 - Précipité sphérique

de la particule. R_o est le rayon de la particule ; ϵ un paramètre lié à la contrainte in-situ. Il a été montré, dans la théorie dynamique, qu'aucun contraste n'est visible dans une imperfection donnant un déplacement R tel que $\vec{g} \cdot \vec{R} = 0$. Ainsi, si la particule présente un champ de contrainte radial, pour chaque direction particulière du vecteur de diffraction $\vec{g}$, il existe une ligne suivant laquelle $\vec{g} \cdot \vec{R} = 0$, et qui ne présentera aucun contraste.

Cette ligne est appelée "ligne de non contraste" (PHILIPS et LIVINGSTONE 1962). On la retrouve toujours dans une particule à symétrie sphérique lorsque l'on est dans le cas de l'approximation de deux ondes (2 taches intenses sur le cliché de diffraction). Cette ligne est perpendiculaire à $\vec{g}$.

ASHBY et BROWN (1963) ont déterminé les profils d'images pour une telle particule. Le contraste obtenu sur l'image leur donne une forme dite "papillon". La largeur totale de l'image est constante lorsque la position de la particule varie dans la lame (sauf lorsqu'elle est voisine de la surface).

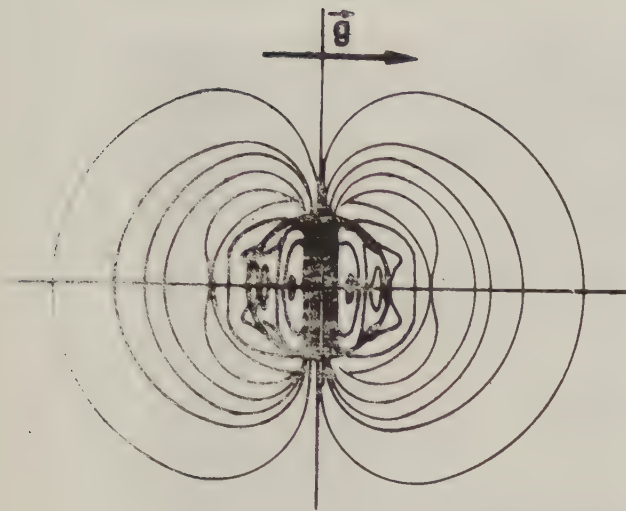


Fig. 34 - Profils d'intensité transmise par un précipité à symétrie sphérique.

Mais celle-ci dépend de l'ordre de réflexion et de la taille de la particule bien entendu.

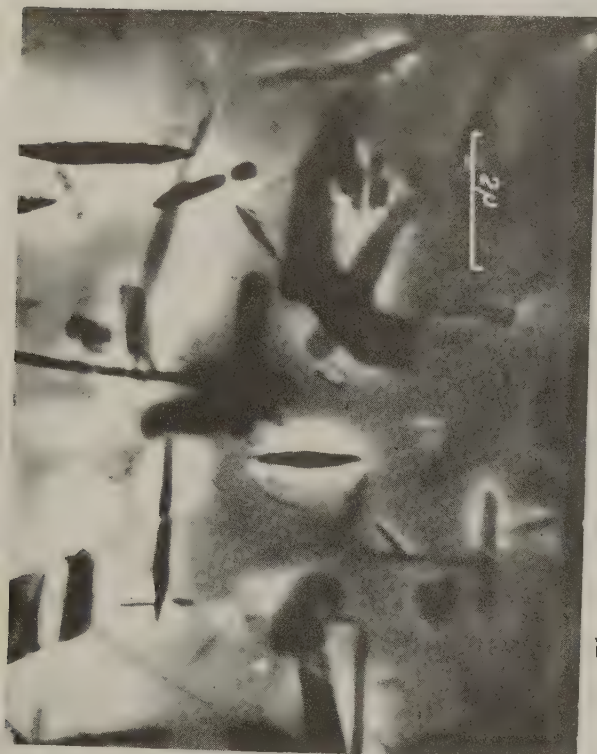
Les mesures effectuées à partir des micrographies donnent une largeur variant de 500 à 1000 Å. Les profils d'image sont semblables à ceux déterminés par ASHBY et BROWN (photos 94, 95, 96). On vérifie bien que le vecteur de diffraction utilisé $\vec{g} = |200|$ pour les photos 94 et 95 est perpendiculaire à la ligne de non contraste, pour tous les précipités visibles. La ligne de non contraste apparaît sur la photo 96 être une ligne brisée dans certains précipités. Ceci est

essentiellement dû au fait que le cliché a été réalisé avec deux vecteurs de diffraction $\vec{g} = |200|$ et $\vec{g} = |111|$.

B) Précipitation dans un alliage ternaire au nickel

L'observation des ternaires à forte teneur en nickel nous a permis de constater une précipitation inverse et désordonnée en forme de bâtonnets ou plaquettes allongées (photo 97). Nous avons vu dans les diagrammes des ternaires au nickel que celui-ci précipite dans la matrice α sous forme de Ni Al. Nous pouvons donc que ces précipités allongés sont des plaquettes de Ni Al. Notons que, si les diagrammes (par exemple celui à 3 % de nickel) prévoient une répartition de phase Ni Al, dans la phase α , nous n'avons jamais observé ces précipitations pour des teneurs inférieures à 5 %. Seul le UA6 Ni 5 nous a toujours montré ce type de configuration, ce qui, d'autre part, a empêché la détermination de l'énergie de faute d'empilement pour cet alliage.

PLANCHE 28 - PHENOMENES DE PRECIPITATION



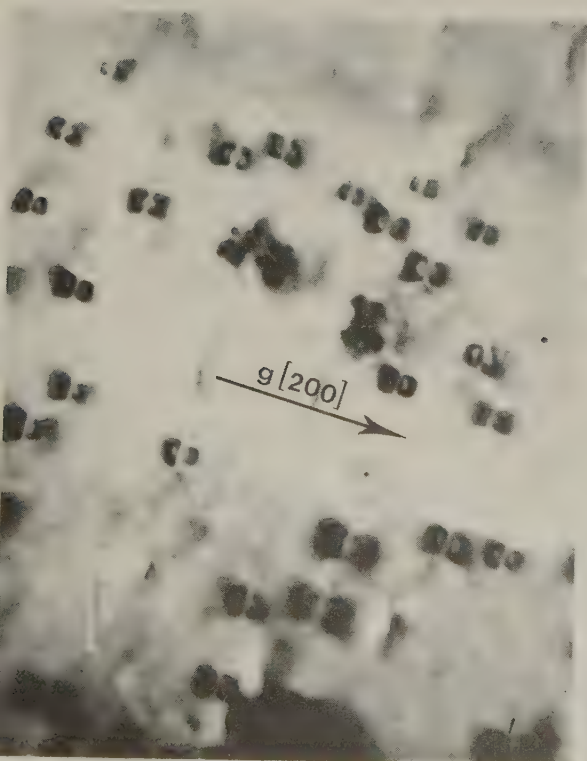
UA6 Fe 2

Photo 94



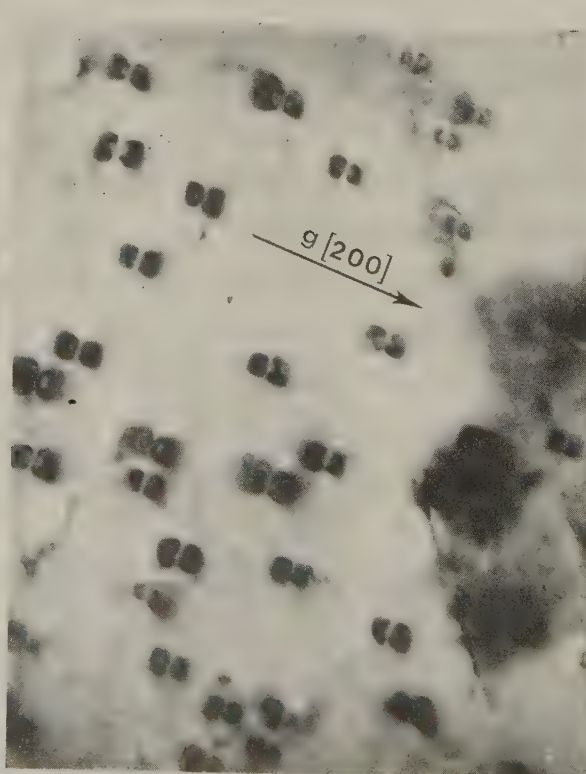
UA6 Fe 2

Photo 95



UA6 Fe 1

Photo 96



UA6 Ni 5 déformé 1 %

Photo 97

MESURE DE L'ENERGIE DE DEFAUT D'EMPILEMENT

4.1 - MACLE - DEFANTS D'EMPILEMENT INTRINSEQUE et EXTRINSEQUE -

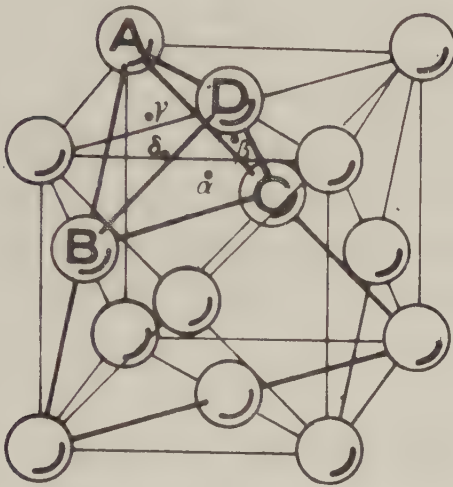


Fig. 35 - Cristal CFC

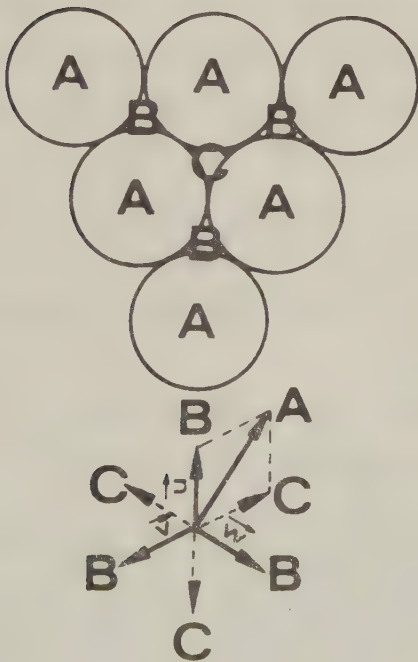


Fig. 36 - Empilement

Nous avons représenté sur la figure 35 ci-contre un cristal CFC. Nous pouvons également considérer ce même cristal comme un empilement de sphères compact, figure 36. Cet arrangement est caractéristique d'un plan du type (111).

Nous appellerons A, B, C les plans respectivement obtenus lorsque les sphères occupent les positions repérées par A, B et C.

On peut envisager plusieurs manières d'empiler les boules les unes sur les autres :

- Si l'on dispose au-dessus d'un plan A un plan B, puis au-dessus de B un plan C, afin d'obtenir la séquence ABC ABC ..., nous obtiendrons une structure du type cubique faces centrées (CFC).

- Si l'on dispose par contre au-dessus de B à nouveau un plan A, nous obtiendrons la séquence ABABAB caractéristique d'une structure hexagonale compacte (HCP).

Nous pourrions décrire plus aisément ces empilements en nous servant de la notation de FRANCK. Le passage d'un plan A à un plan B, d'un plan B à un plan C et d'un plan C à un plan A, est représenté par le symbole Δ . L'opéra-

tion inverse est, elle, représentée par ∇ .

Par exemple, la première séquence relative à une structure CFC s'écrit $\Delta\Delta\Delta\Delta$, et la deuxième, pour une structure HCP, $\Delta\Delta\Delta\Delta$.

4.1.1 - Macle spinelle

Considérons l'empilement ci-contre, figure 37, résultat d'une section par un plan $(1\bar{1}0)$, perpendiculairement à un plan $(11\bar{1})$, et d'une symétrie du réseau par rapport au plan A marqué d'une flèche.

Les rangées horizontales ont une direction du type $[112]$ et les rangées obliques du type $[1\bar{1}2]$. La séquence est représentée par ABCABCACBACBA...

ou par la notation de FRANCK, $\Delta\Delta\Delta\Delta\Delta\Delta$.

Le plan A marqué d'une flèche est un plan de défaut, puisque la séquence change de sens. Ce type d'empilement représente une macle spinelle. Le plan d'accolement est un plan compact.

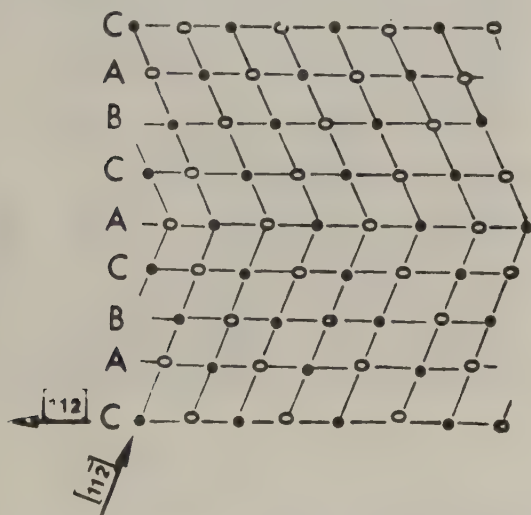


Fig. 37 - Macle spinelle

4.1.2 - Défaut d'empilement intrinsèque (figure 38)

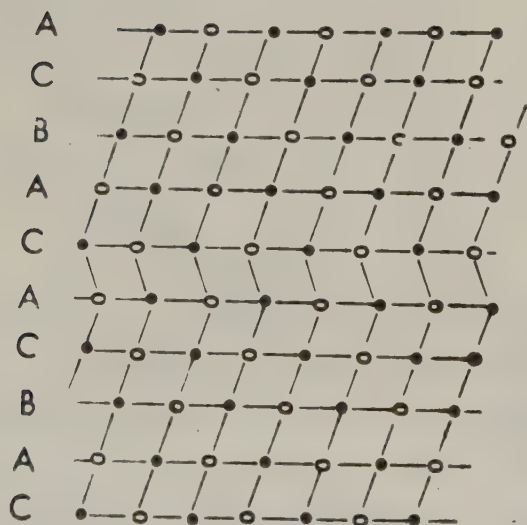


Fig. 38 - Défaut intrinsèque

Un défaut (marqué d'une flèche) dans l'empilement qui est représenté par la séquence ABCACABC ou $\Delta\Delta\Delta\Delta\Delta\Delta$ est appelé défaut d'empilement intrinsèque.

De part et d'autre de ce défaut, l'empilement est régulier (voir figure 38). Il peut être obtenu de trois manières différentes :

- Création de deux macles successives suivant deux plans successifs.
- Déplacement de la partie supérieure du cristal par rapport à la partie inférieure d'un vecteur $\frac{a}{6} [112]$ de manière à amener un plan B en position C.
- Suppression d'un plan B et accolement

du cristal suivant les plans A et C.

4.1.3 - Défaut d'empilement extrinsèque (figure 39)

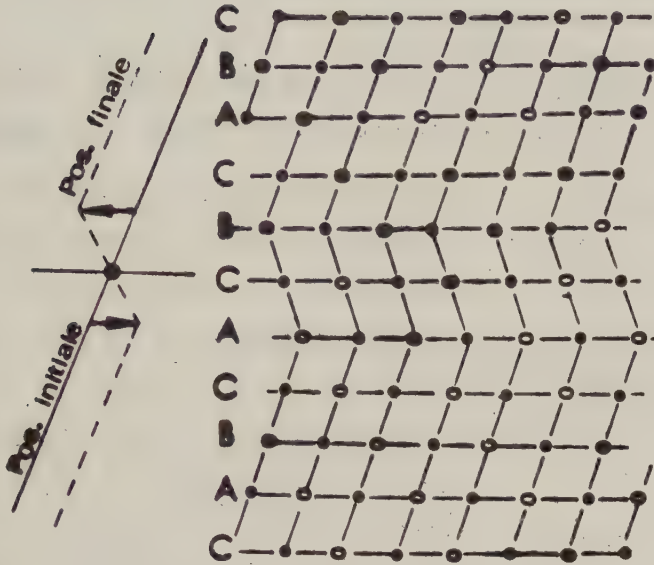


Fig. 39 - Défaut extrinsèque

et vice versa. Ces déplacements seront du type $\frac{a}{6} [112]$.

La zone de défaut extrinsèque, qui est représentée par des tranches de structures hexagonales, apparaît identique à deux fautes intrinsèques situées suivant des plans voisins.

4.2 - GENERATION ET ELIMINATION DES FAUTES D'EMPILEMENTS -

4.2.1 - Limites d'un défaut

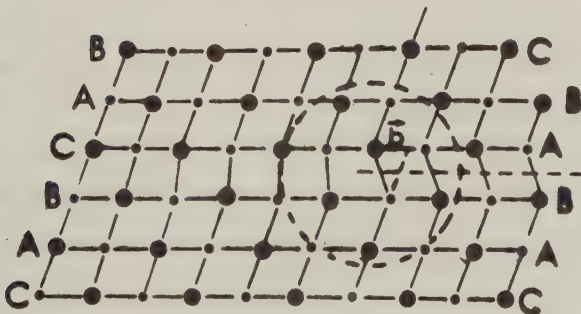


Fig. 40 - Limite d'un défaut

Un défaut d'empilement extrinsèque est représenté par la séquence : ABCACBCABC ou $\Delta\Delta\Delta\nabla\Delta\Delta\Delta$.

Il s'agit d'un double défaut qui peut être créé par l'une des opérations suivantes :

- Création de deux macles sur deux plans non consécutifs distants d'un double intervalle.
- Insertion d'un plan de nature différente entre deux plans voisins.
- Déplacement par rapport au plan C sur la figure des parties supérieures et inférieures du cristal de façon à transformer les plans B en des plans A

Considérons la figure 40 ci-contre. Le défaut d'empilement représenté ne traverse pas entièrement le cristal. Il est limité par une dislocation, dont le vecteur de Burgers n'est pas une période du réseau ($\frac{a}{6} [112]$).

On l'appelle une dislocation partielle ou imparfaite.

Nous voyons qu'après la coupure, suivant un plan compact, il s'est produit un glissement relatif des deux lèvres, afin que le recollement ne redonne pas un cristal parfait, mais corresponde à un défaut d'empilement. On a créé, ainsi, une dislocation de Shockley dont le plan de glissement est celui de la coupure, qui ne peut être quelconque.

La dislocation est dite glissile car son vecteur de Burgers est contenu dans le plan de la coupure. Dans le cas contraire, elle est dite sessile.

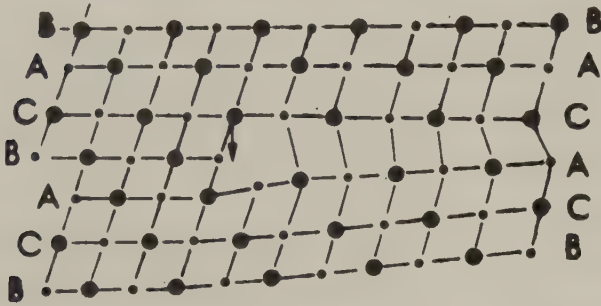


Fig. 41 - Création d'un défaut par enlèvement d'un plan atomique

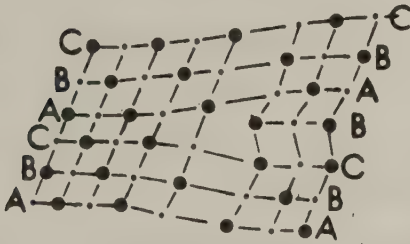


Fig. 42 - Création d'un défaut par adjonction d'un plan atomique

Ainsi, enlevons (ou ajoutons), figures 41 et 42, un plan atomique après la coupure (c'est ce qui se passe dans un CFC par précipitation de lacunes ou d'interstitiels). Après recollement des deux lèvres, nous aurons création d'un défaut extrinsèque ou intrinsèque selon qu'il s'agit d'interstitiels ou de lacunes.

Ce défaut est alors limité par une dislocation de FRANCK. Son vecteur de Burgers est perpendiculaire au plan du défaut, et vaut $\frac{a}{3} |111|$.

Une telle dislocation ne peut se déplacer que par montée.

En résumé, dans un cristal CFC :

- un défaut intrinsèque sera limité à droite et à gauche par une dislocation de Shockley.

- un défaut extrinsèque pourra être bordé soit de dislocations de Shockley, soit de dislocations sessiles de FRANCK.

Il faut noter que la dissociation d'une dislocation parfaite en deux imparfaites de Shockley est plus facile lorsque le défaut est du type intrinsèque.

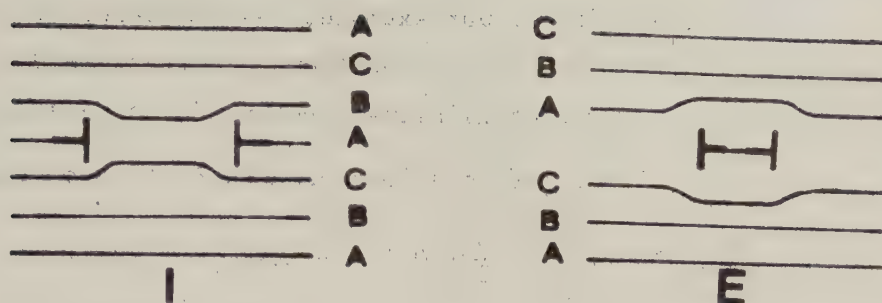


Fig. 43 - Limites d'un défaut

4.2.2 - Génération des fautes d'empilement par la tension

On crée une large faute d'empilement par un effort de tension, lorsque la tension de cisaillement en jeu sur une dislocation partielle de Shockley est supérieure à la tension critique de cisaillement. Cependant, même si la tension de cisaillement n'est pas assez forte, la dislocation peut être dissociée si le mouvement d'une partielle est gêné. Celui-ci peut être empêché par une fixation contre une barrière de Lomer-Cottrell, par fixation dans un dipôle de dislocations, par accrochage dans un joint incohérent, ou par partage d'une dislocation. Analysons ces différentes possibilités.

4.2.2.1 - Fixation contre une barrière de Lomer-Cottrell

Un système de glissement est composé d'un plan et d'une direction de glissement appartenant à ce plan. On définit quatre systèmes principaux, lorsque la direction de l'axe de tension d'un monocristal est à l'intérieur du triangle standard $|100|$ $|110|$ $|111|$ dans la projection stéréographique.

- Système de glissement primaire $(11\bar{1})$ - $|101|$
- Système de glissement conjugué $(\bar{1}\bar{1}1)$ - $|110|$
- Système de glissement dévié $(1\bar{1}\bar{1})$ - $|101|$
- Système de glissement critique (111) - $|10\bar{1}|$

Les autres systèmes de glissement sont des systèmes secondaires qui se retrouvent facilement à partir du plan de glissement correspondant.

Dans un cristal sous tension, les barrières de Lomer-Cottrell sont surtout produites par le mouvement des dislocations partielles dans deux plans de glissement sécants. FRIEDEL a suggéré que les barrières ainsi fermées forment des "cages de FRIEDEL" autour des sources de dislocations actives. Ces cages peuvent donner des fautes d'empilement par l'action d'un

effort sur le cristal.

Considérons, par exemple, les barrières de Lomer-Cottrell formées par l'interaction des dislocations d'un système de glissement primaire avec celles des systèmes de glissement conjugué, dévié et critique.

Ecrivons les équations de dissociation correspondantes :

$$\text{dans le plan } (1\bar{1}\bar{1}) \quad \frac{a}{2} |101| + \frac{a}{6} |112| + \frac{a}{6} |2\bar{1}1|$$

$$\text{dans le plan } (1\bar{1}1) \quad \frac{a}{2} |10\bar{1}| + \frac{a}{6} |11\bar{2}| + \frac{a}{6} |21\bar{1}|$$

$$\text{dans le plan } (1\bar{1}1) \quad \frac{a}{2} |01\bar{1}| + \frac{a}{6} |\bar{1}1\bar{2}| + \frac{a}{6} |12\bar{1}|$$

$$\text{dans le plan } (111) \quad \frac{a}{2} |01\bar{1}| + \frac{a}{6} |11\bar{2}| + \frac{a}{6} |\bar{1}2\bar{1}|$$

Considérons seulement les réactions de dislocations conduisant aux barrières les plus stables. Dans chaque cas, on peut écrire :

$$* \quad \frac{a}{\sigma} |112| + \frac{a}{\sigma} |\bar{1}\bar{1}\bar{2}| \rightarrow \frac{a}{\sigma} |200| \quad \text{à l'intersection des plans de glissement primaire et conjugué (1)}$$

$$* \quad \frac{a}{\sigma} |2\bar{1}1| + \frac{a}{\sigma} |\bar{1}1\bar{2}| \rightarrow \frac{a}{\sigma} |10\bar{1}| \quad \text{à l'intersection des plans de glissement primaire et dévié (2)}$$

$$* \quad \frac{a}{\sigma} |2\bar{1}1| + \frac{a}{\sigma} |\bar{1}2\bar{1}| \rightarrow \frac{a}{\sigma} |110| \quad \text{à l'intersection des plans de glissement primaire et critique (3)}$$

La deuxième dislocation partielle de Shockley crée une barrière de Lomer-Cottrell avec les dislocations partielles des plans de glissement dévié et critique. Lorsque cela se produit, la première Shockley partielle de la dislocation "primaire" continue son mouvement de l'autre côté de la cage de FRIEDEL.

Ainsi, la deuxième Shockley partielle de la dislocation "primaire", ou bien joue le rôle d'une barrière de Lomer-Cottrell, ou bien, si c'est la première partielle qui forme la barrière, est piégée à l'intérieur de cette cage.

Il en résulte que la deuxième partielle de la dislocation "primaire" ne peut pas suivre la première à l'extérieur de la cage, et une large faute d'empilement est ainsi créée par la tension.

4.2.2.2 - Fixation dans un dipôle de dislocations

La deuxième dislocation partielle de Shockley de la dislocation "primaire" peut être fixée dans un dipôle de dislocations.

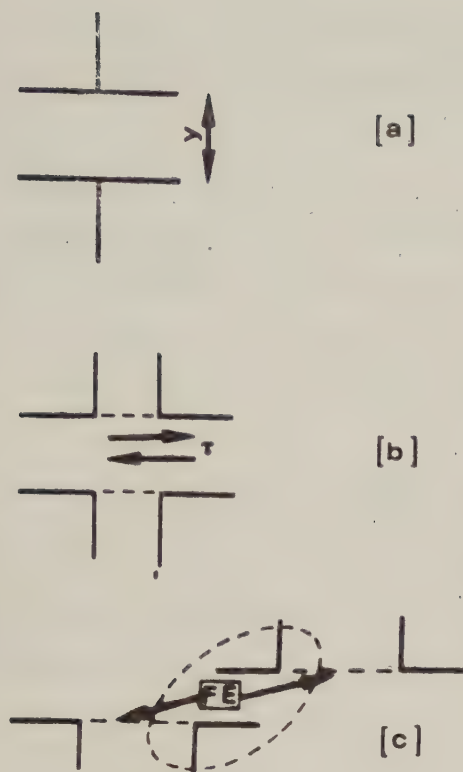


Fig. 44 - Fixation dans un dipôle

d'empilement.

Sur la figure 44 ci-contre, nous avons représenté deux dislocations coin unités de signes opposés. Elles sont situées dans des plans de glissement parallèles à une distance y l'une de l'autre.

Appliquons une tension de cisaillement τ dans les plans des deux dislocations. Elles s'écartent, mais, cependant, la tension de cisaillement mise en jeu peut ne pas être suffisante pour séparer le dipôle constitué par les deux partielles centrales. Autrement dit, la tension de cisaillement peut être supérieure à la tension critique, sans pour cela provoquer la "cassure" du dipôle. Dans ce cas, il y a création de deux fautes d'empilement dans les deux plans de glissement.

Des calculs ont donné une valeur maximum de 200 Å pour y , dans les Cu Al à 7,5 % d'Al, pour qu'il y ait création de faute

4.2.2.3 - Accrochage dans un joint "incohérent"

Il peut se faire qu'une seule partielle ait un caractère coin, et soit accrochée à un joint. La seule partielle qui peut se déplacer est alors attirée à l'extérieur du joint sous l'action de la tension. Une faute d'empilement est ainsi créée dans un grain, à condition bien sûr que la tension de cisaillement en jeu ne soit pas suffisante pour arracher la Shockley partielle en deçà du joint.

4.2.2.4 - Partage d'une dislocation

SAARINEN (1967) a montré, comme l'a suggéré NABARRO (1967), que l'on peut créer de larges fautes d'empilement sans aucun mécanisme d'accrochage, simplement par l'action de la tension sur les dislocations partielles.

En effet, ces dislocations peuvent être étendues si les vecteurs de Burgers sont orientés "favorablement" par rapport à la direction de la tension. On peut alors avoir :

- soit un déplacement de la dislocation étendue dans le plan de glissement ; la distance entre les deux Shockley partielles restant invariable au cours du mouvement ;

- soit un déplacement relatif des deux dislocations partielles de sens opposés l'un à l'autre. Dans ce cas, chacune des deux crée une faute d'empilement qui amène la dislocation initiale à la rupture ;

- soit une contraction de la dislocation, par rapprochement des deux partielles l'une vers l'autre.

4.2.3 - Elimination des fautes d'empilement au cours d'un recuit

4.2.3.1 - Mécanisme de l'élimination

Beaucoup de fautes d'empilement induites par la tension disparaissent, soit au cours d'un recuit, soit au cours de la préparation des lames minces. Par contre, SAARINEN (1967) a observé un grand nombre de fautes dans des Cu Al ayant subi un long recuit de 122 H à 300°C. Le premier cas peut être dû à des partielles non ancrées, qui peuvent se déplacer par la tension de surface, et le deuxième, au fait que les fautes créées par la tension sont accrochées à leurs extrémités au cours de la déformation à froid.

Lorsque les fautes sont accrochées à leurs deux extrémités, par exemple si les deux Shockley partielles ont réagi dans des plans de glissement sécants, l'élimination implique une nucléation de dislocations partielles de Shockley.

Si l'on suppose que l'énergie de la dislocation, par unité de longueur, est proportionnelle au carré de son vecteur de Burgers, deux cas se présentent :

- La faute est bordée par des Stair-Rod du type $\frac{a}{6} |220|$ ou $\frac{a}{6} |310|$; l'énergie par unité de longueur de la nouvelle dislocation partielle ($\frac{6a^2}{36}$) est alors inférieure à celle qui est nécessaire pour dissocier les Stair-Rod adjacents ($\frac{8a^2}{36}$ ou $\frac{10a^2}{36}$).

- La faute est bordée par des Stair-Rod du type $\frac{a}{6} |110|$ ou $\frac{a}{6} |200|$, et l'énergie par unité de longueur de la Shockley partielle ($\frac{6a^2}{36}$) est plus grande que l'énergie nécessaire à la dissociation des Stair-Rod ($\frac{2a^2}{36}$ ou $\frac{4a^2}{36}$).

Si les Stair-Rod sont du premier type, elles sont dissociées à haute température, car elles sont accompagnées d'une diminution d'énergie.

D'autre part, il faut signaler que l'élimination des fautes accrochées à leurs deux extrémités nécessite une température assez haute pour que la nucléation ait lieu et que la recristallisation élimine la structure de faute.

Cependant, la ségrégation d'atomes solubles dans les fautes complique la cinétique du mécanisme de l'élimination.

4.2.3.2 - Précipitation de l'aluminium dans les fautes d'empilement -

CAHN et DAVIES (1960) ont suggéré la présence d'une ségrégation des atomes d'aluminium à partir de 200°C, dans les fautes d'empilement, à partir de travaux réalisés aux rayons X. SAARINEN (1967) a également observé au microscope électronique une telle précipitation sous la forme de dislocations interfaciales.

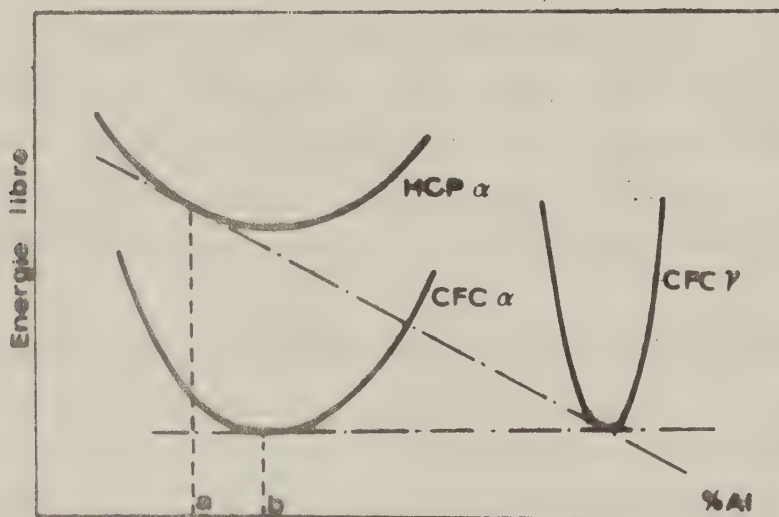


Fig. 45 - Courbes d'énergie libre à 300°C.

Il a expliqué cette ségrégation à l'aide de la figure 45 ci-dessus, sur laquelle sont tracées les courbes d'énergie libre à 300°C de la phase Cu Al α (FCC α) de la couche hexagonale compacte α qui représente la faute (HCP α), et de la phase γ (FCC γ). Il apparaît que la précipitation de la phase γ métastable est possible pour des teneurs en aluminium comprises dans l'intervalle $[a, b]$. L'augmentation de dureté, observée en recuisant à 300°C un tel alliage déformé à froid, peut être due à la précipitation de cette phase dans les fautes.

4.3 - THEORIE DES NOEUDS TRIPLS ET DES RUBANS DOUBLES DE FAUTE -

En général, en l'absence de tension externe, l'étendue d'un défaut d'empilement créé par la dissociation de dislocations parfaites dépend de l'énergie de faute d'empilement γ (Stacking Fault Energie : SFE), de l'énergie propre de ces dislocations, et de l'énergie d'interaction des dislocations partielles aux limites du défaut.

L'observation directe de lames minces au microscope électronique permet de mesurer certains paramètres caractéristiques de ces configurations. Les calculs de l'énergie de faute d'empilement, liés à leur détermination, ont été faits par plusieurs chercheurs. Le premier WHELAN (1958) a donné une approximation grossière de cette énergie. Plus tard, BROWN et THOËLEN (1964), SIEMS (1964), JOSSANG et Col. (1964) ont effectué les calculs en tenant compte des interactions des dislocations entre elles, ainsi que de la nature vis ou coin du défaut.

De toutes les configurations de dislocations, la plus simple est bien sûr la dissociation d'une dislocation parfaite en deux imparfaites de Shockley. La largeur du ruban de faute ainsi créé est cependant souvent trop faible pour permettre une mesure précise et une détermination valable de l'énergie.

Aussi, la méthode la plus employée consiste-t-elle à mesurer certains paramètres de noeuds triples étendus et de rubans doubles de fautes d'empilement.

4.3.1 - Géométrie des noeuds triples étendus et des rubans doubles

Les interactions attractives entre les diverses dislocations conduisent à la création de configurations de différents types (THOMPSON - WHELAN). Celles qui sont utilisées pour la détermination de l'énergie γ en

microscopie électronique sont celles que l'on appelle noeuds triples symétriques et rubans doubles de faute. Les noeuds triples sont situés au point de concours de trois dislocations appartenant à un même plan (111). Sur la figure ci-contre n°46, nous avons figuré un exemple de réseau plan de ces dislocations. La somme des vecteurs de Burgers des dislocations arrivant à un noeud est nulle.

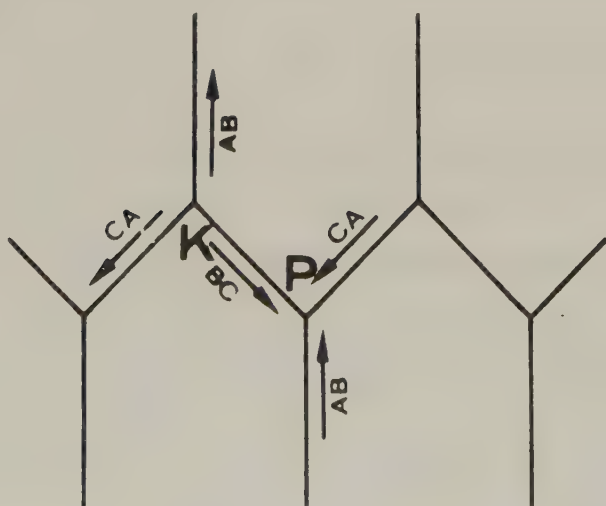


Fig. 46 - Réseau de dislocations.

FRANCK a distingué deux sortes de noeuds :

- les noeuds du type P,
- et ceux du type K.

La dissociation des dislocations arrivant à un noeud va donner des zones de défauts d'empilement extrinsèques et intrinsèques suivant le type du noeud. Par exemple, prenons le cas du noeud de type P. Les trois dislocations parfaites vont se dissocier suivant :



Les dislocations imparfaites $A\delta$, δB , $B\delta$, δC , $C\delta$ et δA vont ensuite se combiner et donner la configuration de noeud triple étendu de la figure 47-a. Si nous envisageons le cas du noeud de type K, nous obtiendrons, soit un noeud ponctuel, soit un noeud K dissocié, avec une zone centrale du défaut d'empilement extrinsèque, figure 47-b.

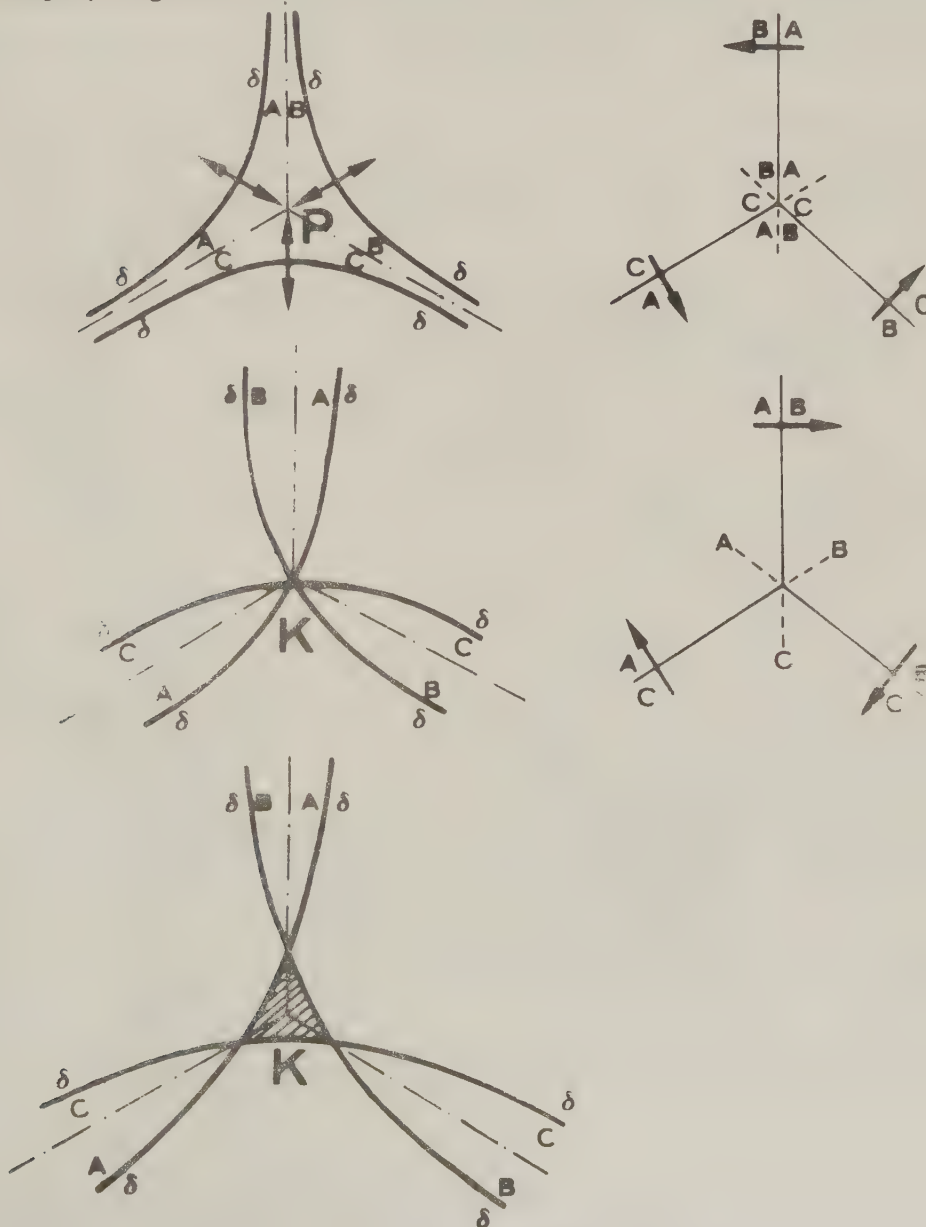


Fig. 47 - Différents types de noeuds.

Dans un cristal CFC, un défaut intrinsèque est limité par des dislocations imparfaites de Shockley, et un défaut extrinsèque, par des dislocations de Shockley ou bien des dislocations sessiles de Franck.

Ainsi, dans les réseaux de noeuds, deux cas peuvent se présenter :

A) Soit un réseau à noeuds alternativement étendus et ponctuels avec défauts d'empilement d'un seul type, le plus souvent intrinsèque ;

B) Soit un réseau à noeuds étendus avec défauts d'empilement alternativement extrinsèques et intrinsèques ;

Cependant, il y a souvent naissance de configurations plus complexes qui dérivent directement de celles décrites ci-dessus.

C) Par la formation de dislocations imparfaites transversales, figure 48-a, pouvant prendre à la limite l'apparence de ruban double de faute d'empilement ou ruban allongé, figure 48-d.

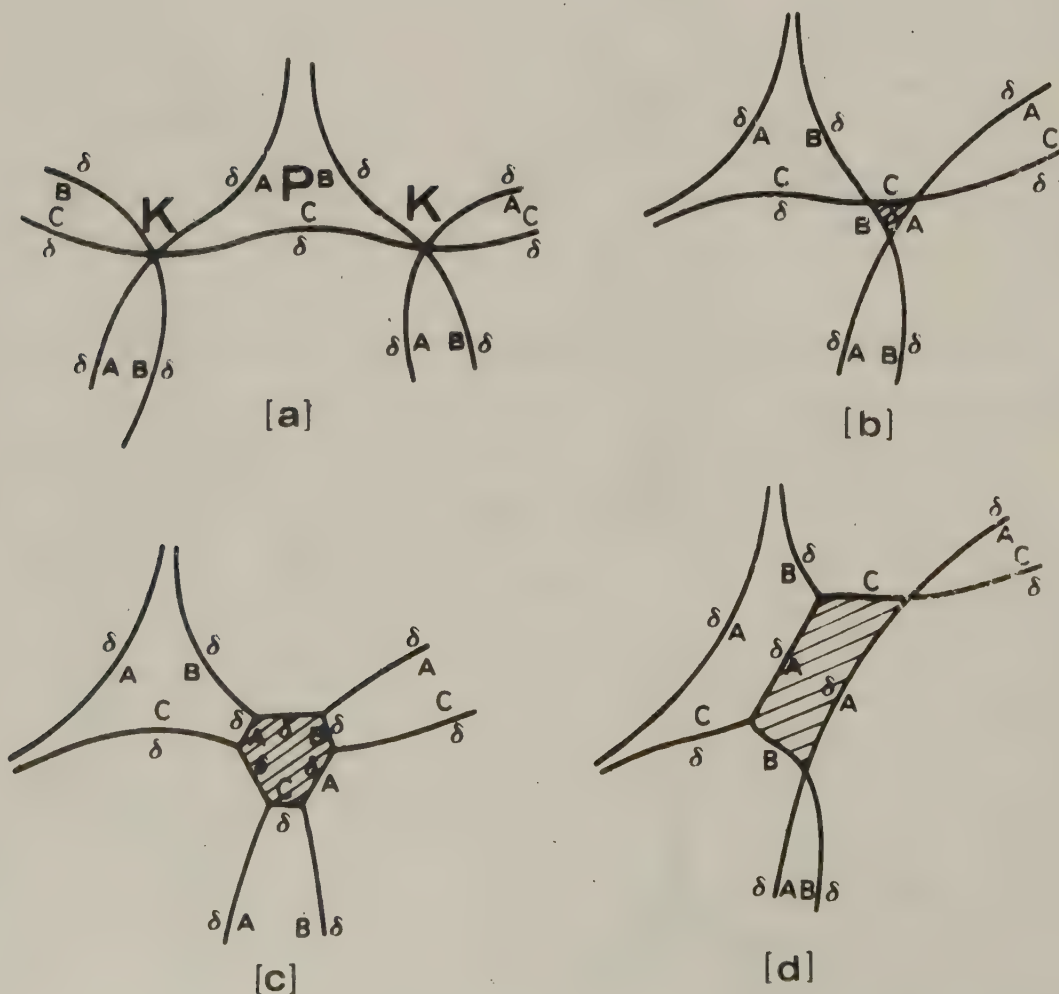


Fig. 48 - Réseaux de noeuds. Formation d'un ruban double de faute.

4.3.2 - Calcul de l'énergie de faute d'empilement

Ce calcul est effectué à la suite des observations au microscope électronique des noeuds triples dissociés symétriques (P ou K), ou bien des paires de noeuds allongés, au moyen des relations reliant certains paramètres caractéristiques de ces configurations et l'énergie de faute d'empilement.

4.3.2.1 - Noeuds P symétriques

A ce noeud, sur une longueur unité de la dislocation partielle, trois forces sont en présence :

- a) f_1 due à la tension de surface de la faute d'empilement pousse la dislocation de Shockley vers le centre du noeud et ainsi tend à diminuer la surface de la faute ;

- b) f_2 , force répulsive, agit entre les dislocations partielles au noeud en opposition directe avec f_1 ;

- c) Comme ces partielles sont courbées, une auto tension agit sur elles, tendant à les redresser. Il y a ainsi une force f_3 de même direction que f_2 . DEWIT et KOEHLER (1959) ont proposé l'expression suivante pour celle-ci :

$$f_3 = \frac{\mu b_1^2}{4\rho} \left| \frac{1+\nu - 3 \sin^2\theta}{1-\nu} \right| \ln \left(\frac{\rho}{\epsilon} \right)$$

où ρ est le rayon de courbure de la partielle de Shockley, ϵ le rayon du coeur de cette imparfaite, et $\vec{b}_1$ le vecteur de Burgers.

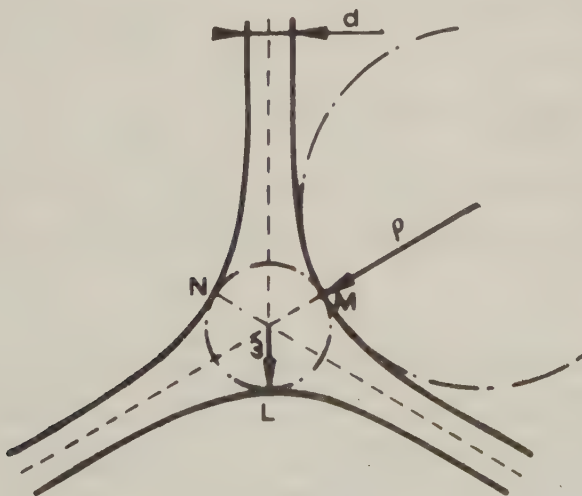


Fig. 49 - Noeud triple.

Les trois paramètres, qui ont servi aux divers auteurs pour l'établissement de relations donnant l'énergie de faute d'empilement intrinsèque, sont repérés sur la figure 49 ci-contre.

Ce sont respectivement :

- a) le rayon de courbure ρ des dislocations partielles au point de courbure maximum.
- b) le rayon ω du cercle inscrit dans le noeud.
- c) la largeur d , séparant les deux imparfaites loin du coeur du noeud.

Le premier, WHELAN (1958), a proposé une formule pour l'énergie γ :

$$\gamma = \frac{\mu b_1^2}{2\rho}$$

Il donna par la suite son nom à la méthode. Plusieurs auteurs, partant de ces bases, établissent diverses formules théoriques, mais, comme WHELAN, sans tenir compte de tous les éléments influant sur la forme du noeud. Seuls BROWN (1964),

BROWN et THOËLEN (1964), SIEMS (1964), JOSSANG et Cie (1964) ont fait intervenir la plupart de ces facteurs dans leurs calculs.

* BROWN et THOËLEN ont employé une méthode itérative, au moyen d'un calculateur. A partir de l'équation $\vec{f}_1 + \vec{f}_2 + \vec{f}_3 = 0$, ils ont proposé les deux formules suivantes :

$$(1) \frac{\gamma \rho}{\mu b_1^2} = 0,27 - 0,08 \frac{\nu}{1-\nu} \cos 2 \theta + \{0,104 \frac{2-\nu}{1-\nu} + 0,24 \frac{\nu}{1-\nu} \cos 2 \theta\} \log_{10} \frac{\rho}{\epsilon}$$

$$(2) \frac{\gamma \omega}{\mu b_1^2} = 0,055 \frac{2-\nu}{1-\nu} - 0,06 \frac{\nu \cos 2 \theta}{(1-\nu)^2} + \{0,018 \frac{2-\nu}{1-\nu} + 0,036 \frac{\nu}{1-\nu} \cos 2 \theta\} \log_{10} \frac{\rho}{\epsilon}$$

où ρ est le rayon de courbure maximum de la dislocation partielle,

ω , le rayon du cercle inscrit dans le noeud,

θ , l'angle entre le vecteur de Burgers de la partielle et la ligne de dislocation au point considéré,

μ , le module de cisaillement,

ν , le coefficient de Poisson,

ϵ , le rayon du coeur de la dislocation imparfaite.

Ils ont estimé que l'erreur sur la première formule était inférieure à 10 % dans un métal CFC.

Comme l'a suggéré SAARINEN (1967), nous utiliserons au cours du calcul les valeurs numériques suivantes :

$$\mu = 3.08 \cdot 10^{11} \text{ dynes/cm}^2 \quad \text{KELLY (1966)}$$

$$\nu = 0.35 \quad \text{FRIEDEL (1964)}$$

$$\epsilon = b_1 \quad \text{vecteur de Burgers des partielles}$$

Le choix de ϵ reste cependant assez arbitraire, mais l'erreur commise est très faible, car le terme $\log_{10} \frac{\rho}{\epsilon}$ a une variation très lente (ρ grand, ϵ faible) (WEERTMAN et WEERTMAN, 1964).

* SIEMS (1964) a refait ses calculs de 1961, en modifiant l'expression choisie pour la tension de ligne. Il a utilisé un calcul variationnel (A.W.RUFF, 1970) en utilisant les équations d'Euler Lagrange et en déterminant la configuration d'énergie minimum. Il a introduit un paramètre ψ_0 satisfaisant à l'équation :

$$\psi_0 - \log \psi_0 - 1 = \frac{\sqrt{3} - 1}{2} \left[\frac{\sqrt{3} (2-\nu)}{2-\nu (1 + \cos 2 \theta)} - 1 \right] \log \frac{\rho}{\epsilon}$$

Ce paramètre ψ_0 est relié à ω , ρ , et γ par les relations :

$$\frac{\gamma \omega}{\mu b^2} = \frac{\psi_0}{8 \sqrt{3} \pi} \left[\frac{2 - \nu (1 + 2 \cos 2 \theta)}{1 - \nu} \right]$$

$$\frac{\gamma \rho}{\mu b^2} = \frac{\psi_0}{4 \pi (\psi_0 - 1)} \left[1 + \frac{\nu (1 + 3 \cos 2 \theta)}{2(1 - \nu)} \right] \text{Log } \frac{\rho}{\epsilon}$$

ψ_0 est proportionnel à la largeur relative de la faute au centre du noeud où :

$$d = \frac{\mu b^2}{8 \pi \gamma} \left(\frac{2 - \nu}{1 - \nu} \right) \left| 1 - \frac{2 \nu \cos 2 \theta}{2 - \nu} \right|$$

avec : $\psi_0 = \frac{\omega \sqrt{3}}{d}$

* Enfin JOSSANG et Gols (1964) ont utilisé une configuration approchée de la configuration réelle du noeud, en remplaçant les parties par des lignes brisées, voir figure 50, de manière à ce que le nouveau noeud contienne la même surface de faute d'empilement. La configuration d'énergie minimum est ensuite déterminée pour différentes valeurs de ν , θ , et de $\frac{\gamma \epsilon}{\mu b^2}$. Leurs résultats sont présentés sous forme de tables.

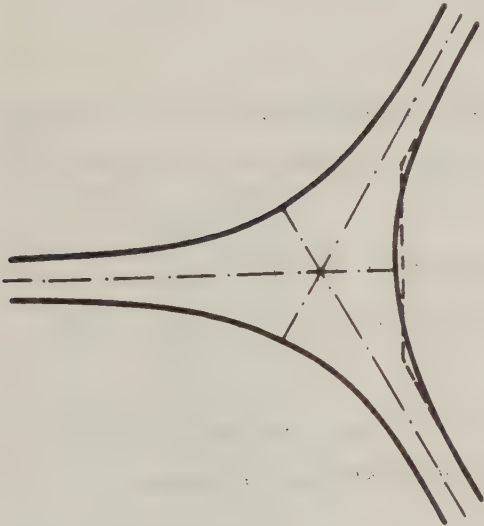


Fig. 50 - Configuration: approchée de JOSSANG

Afin de pouvoir comparer les résultats de ces trois calculs, nous donnons dans le tableau ci-après les valeurs théoriques de ω et ρ prévues par BROWN et THOËLEN, SIEMS et JOSSANG et Gols, pour une valeur du coefficient de Poisson égale à 0,45, pour différentes valeurs de $10^3 \frac{\gamma}{\mu b}$ (terme sans dimension) et pour des valeurs de θ , de 0,45° et 90°.

$\frac{10^3 \gamma}{\mu b}$	BROWN THOËLEN			SIEMS		JOSSANG et Cie	
	θ	ω	ρ	ω	ρ	ω	ρ
2,6	0	98	525	98	495	95	78
	45	101	350	88	290	94	77
	90	107	200	61	53	76	70
1,30	0	215	1 170	215	1 105	210	170
	45	217	780	190	660	200	175
	90	220	425	127	117	160	145
0,65	0	465	2 560	465	2 420	450	380
	45	450	1 690	400	1 430	420	375
	90	440	870	260	250	320	300

d'après W. RUFF, 1970.

Nous constatons : - 1°) que pour les noeuds vis $\theta = 0$, l'accord entre les trois théories est bon. Les différences sur ρ et sur ω sont faibles et n'atteignent pas 5 %.

- 2°) pour les noeuds à caractère coin, $\theta = 90^\circ$, les théories de BROWN et THOËLEN, et de JOSSANG s'accordent bien. Les valeurs données par SIEMS sont nettement inférieures.

D'autre part, nous n'avons donné la dernière colonne qu'à titre indicatif. Les résultats qui y sont inscrits sont manifestement erronés.

Notons, enfin, que ces trois théories ont pour hypothèses l'isotropie et l'absence de contraintes externes. La première, certainement fausse, conduira à une erreur systématique dans le calcul des valeurs absolues de l'énergie de défaut γ .

4.3.2.2 Noeuds K symétriques - Réseau de dislocations

On peut en principe déterminer l'énergie de faute d'empilement extrinsèque à partir des mesures effectuées sur des noeuds K, symétriques et isolés, en reprenant les mêmes calculs que pour les noeuds P.

Cependant, les noeuds K sont en général observés adjacents aux noeuds P, en formant un réseau de noeuds. Ceux-ci étant trop rapprochés, on ne peut alors pas appliquer les résultats précédents.

Le calcul de l'énergie de défaut d'empilement à partir de tels réseaux serait très complexe, car on doit tenir compte de l'énergie associée au pincement aux points de raccordement des défauts extrinsèques et intrinsèques (GALLAGHER, 1966).

4.3.2.3 Paire de noeuds allongée (ou rubans doubles de défaut)

Lorsque l'on se trouve en présence d'une configuration du type (D), figure 48, qui soit assez isolée pour ne pas avoir à tenir compte des effets de raccordement des dislocations, on peut la considérer comme un ruban double de défaut.

GALLAGHER (1966) a établi à partir des équations de AMELINCKX (1960) les formules suivantes, donnant les énergies intrinsèques et extrinsèques, associées à une telle configuration.

$$\gamma_i = \frac{\mu b^2}{2\pi} \left| \frac{1}{d_i} + \frac{1}{d_i + d_e} \right| \left| \cos^2 \theta + \frac{\sin^2 \theta}{1-\nu} \right|$$

$$\gamma_e = \frac{\mu b^2}{2\pi} \left| \frac{1}{d_e} + \frac{1}{d_i + d_e} \right| \left| \cos^2 \theta + \frac{\sin^2 \theta}{1-\nu} \right|$$

θ est l'angle entre les dislocations imparfaites et leur vecteur de Burgers.

Lorsque le rapport $\frac{\gamma_e}{\gamma_i} = 1$, les largeurs d_i et d_e des deux défauts sont égales.

La partie hachurée sur la figure 51 est une zone de défaut extrinsèque.

Le facteur $\left| \cos^2 \theta + \frac{\sin^2 \theta}{1-\nu} \right|$ varie de 1 pour les dislocations vis ($\theta=0$) à 1,53 pour des dislocations coin ($\theta = 90^\circ$), dans le cas où $\nu=0.35$. Pour nos calculs, avec $\theta = 30^\circ$, ce facteur est égal à 1,13.

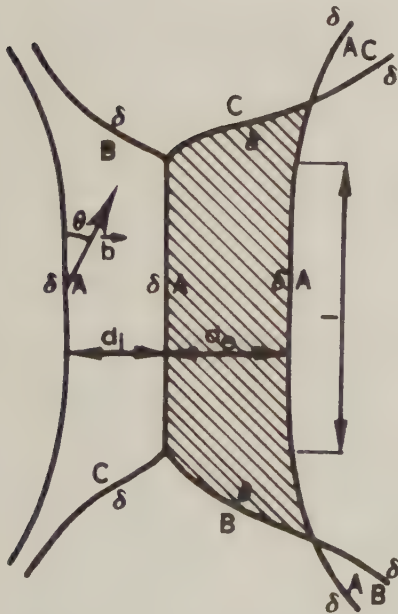


Fig. 51 - Ruban double.

4.4 - METHODE EXPERIMENTALE -

Les mesures que l'on peut faire sur l'image électronique ne donnent pas les valeurs réelles des paramètres cherchés. En effet, ce que l'on observe n'est autre, à une très bonne approximation près, que la projection orthogonale de la lame sur le plan d'observation. Il faut donc corriger les mesures. Notamment, la connaissance de θ (caractère du noeud) et du plan de la configuration est nécessaire si l'on veut obtenir une mesure avec le plus de précision possible. Pour cela, le premier travail, lors de l'examen de la lame, consiste à repérer et positionner exactement le cristal par rapport à des axes solidaires du microscope.

4.4.1 - Détermination de l'orientation de la lame (cf B.J. THOMAS)

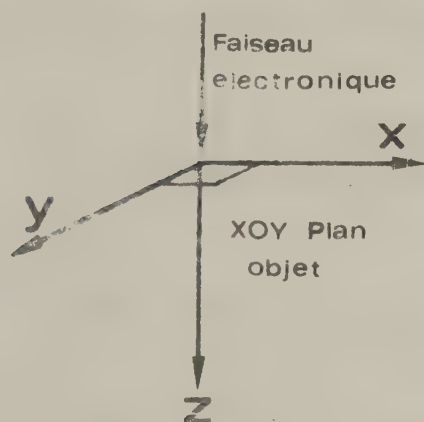


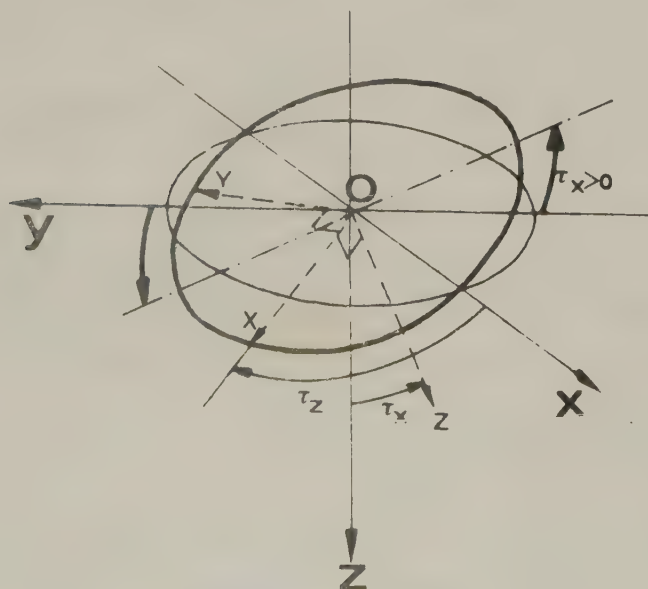
Fig. 52 - Système d'axes.

On choisit un système d'axes orthogonaux, lié au microscope. L'axe OZ est parallèle à l'axe optique du microscope ; il est orienté dans le sens de la propagation des électrons.

L'axe OX (perpendiculaire à OZ) est parallèle à l'axe du porte objet. Enfin, l'axe OY est tel que OXYZ soit un trièdre direct.

Il faut rappeler que, par rapport aux axes fixes ainsi définis, l'image sur l'écran subit une rotation autour de OZ.

La lame mince est liée à un système orthogonal Oxyz. Il est repéré par rapport à OXYZ par les angles :



- τ_x angle de basculement (Tilt)
- τ_z angle entre Ox et OX, obtenu par rotation de la lame autour de son axe Oz.

τ_x et τ_z suffisent à définir complètement l'orientation de la lame.

On procède ensuite à la représentation stéréographique des axes du trièdre OXYZ par rapport à Oxyz :

- La sphère de référence est centrée sur l'origine des axes Oxyz de la platine.

Fig. 53 - Repérage des angles sur la platine.

- Le plan de la projection est le plan xoy de la platine.

- On ne porte sur la projection seulement que la demi sphère du côté des z positifs.

On construit cette projection sur un calque, placé sur une abaque de WULF.

La projection stéréographique est faite en repérant sur les clichés de diffraction les directions cristallographiques principales. Connaissant

leurs coordonnées α [voir figure 54] et ϕ (angle entre la normale au plan réflecteur et OZ), il est aisé de reporter les projections des axes cristallographiques considérés.

$$\phi = 90^\circ + \phi + \Delta\phi$$

avec ϕ : angle de Bragg

$\Delta\phi$: écart des plans réflecteurs à l'angle de Bragg

L'expression $\phi + \Delta\phi$ est toujours très faible (voisine de 1°) et, en pratique, $\phi = 90^\circ$.

En général, la connaissance de trois directions non coplanaires, associées à deux zones différentes, suffit pour une détermination sans équivoque de l'orientation du cristal.

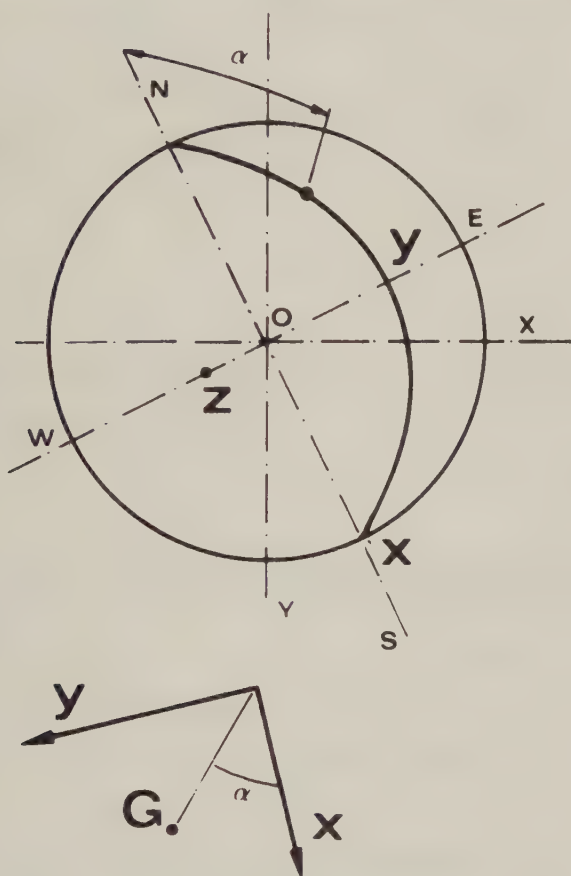


Fig. 54 - Projection stéréographique.

4.4.2 Détermination des paramètres réels du noeud

4.4.2.1. Correction des mesures

La lame étant repérée dans le microscope, il faut alors replacer la configuration dans son plan de glissement (111). Pour cela, on trace sur la projection stéréographique les quatre plans (111) et on détermine leur intersection avec le plan photographique. On reporte les quatre traces sur le cliché et on peut ainsi en identifier une sans difficulté. Le plan de la configuration étant connu, on connaîtra la valeur de l'angle Ω , inclinaison du plan du noeud

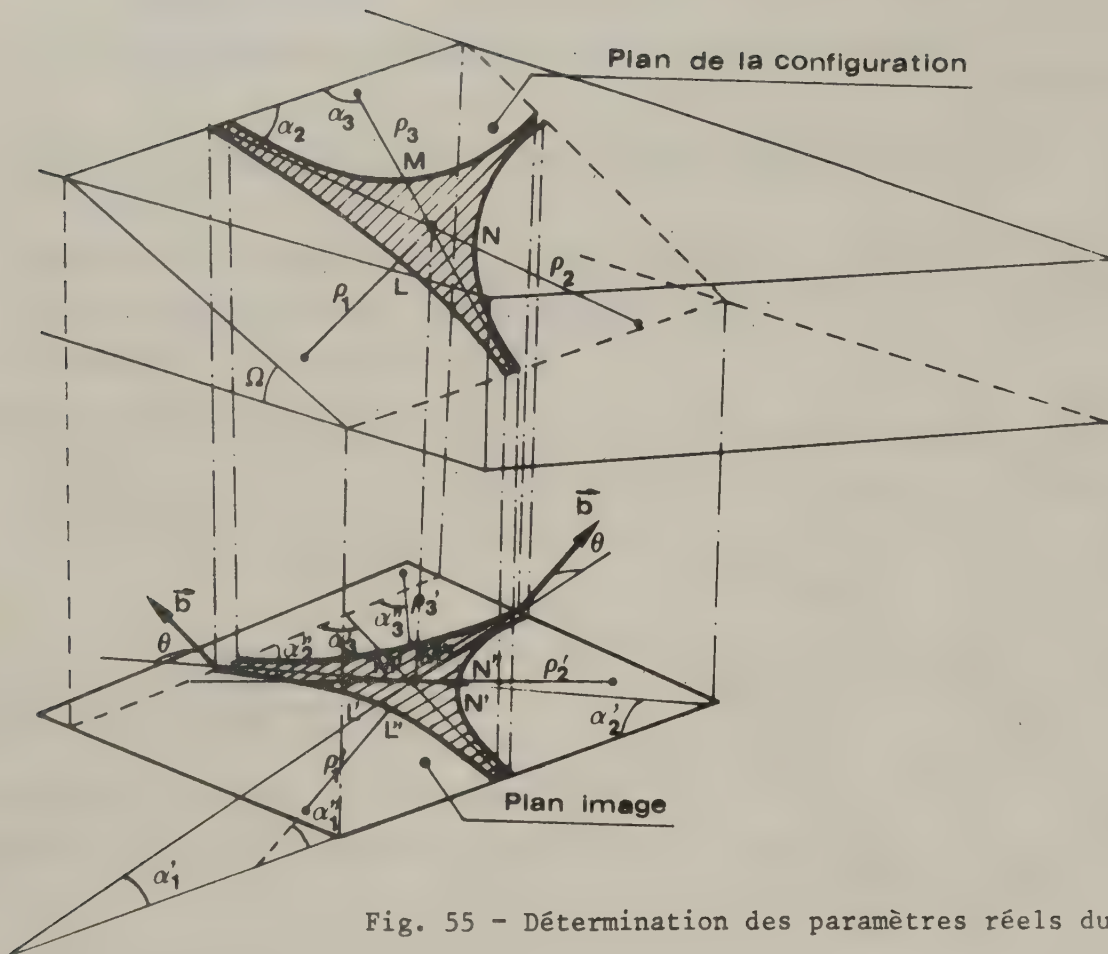


Fig. 55 - Détermination des paramètres réels du noeud.

avec le plan de la lame mince (ou Oxyz). Il reste alors à corriger les valeurs de ω et de ρ obtenues par mesure directe.

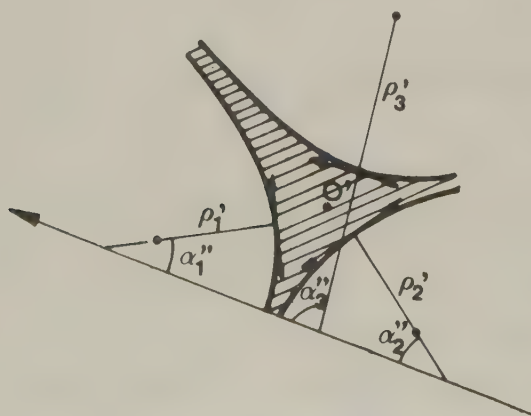


Fig. 56 - Noeud dans le plan image.

a) Correction des rayons de courbure ρ ,
figure 56

Il suffit de déterminer pour chaque rayon l'angle α_i'' , qui représente l'angle observé entre l'intersection du plan image avec le plan du noeud et la normale ou la ligne de dislocation au point de mesure.

$$\text{Alors : } \rho_i = \rho_i' \cdot F_i$$

F_i est le facteur de correction
donné par :

$$F_i = \frac{1}{\cos^2 \Omega} (\cos^2 \alpha_i'' + \cos^2 \Omega \sin^2 \alpha_i'')^{3/2}$$

(N. CLEMENT, LE MURR, SAARINEN,
HOWIE-SWANN).

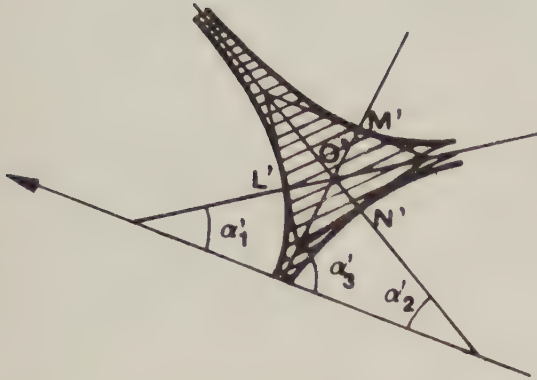


Fig. 57 - Noeud dans la plan image.

b) Correction du rayon du cercle inscrit ω : figure 57

On mesure de même les angles α'_1 et $\omega_i = \omega'_i \cdot f_i$ avec :

$$f_i = (1 + \operatorname{tg}^2 \Omega \sin^2 \alpha'_i)^{3/2} \quad (\text{THOMAS})$$

Remarques : * On corrige de manière analogue les largeurs d_i et de mesurées sur l'image d'un ruban de défaut double.

* Il est utile par la suite

de vérifier la symétrie du noeud en calculant la valeur réelle α_i de l'angle α'_i au moyen de la formule :

$$\cotg \alpha_i = \cotg \alpha'_i \cdot \cos \Omega \quad (\text{B.J. THOMAS})$$

4.4.2.2 Détermination du caractère de la configuration : vecteur de Burgers

Celle-ci est nécessaire si l'on veut connaître avec le plus de précision possible l'énergie de défaut d'empilement.

Les dislocations parfaites sont du type $AB = \frac{1}{2} [110]$, et les imparfaites du type $A\delta = \frac{1}{6} [112]$ se trouvent à 30° des directions $[110]$.

Lorsque l'on a identifié le plan de glissement, on peut à partir de la projection stéréographique déterminer les vecteurs de Burgers des dislocations parfaites et imparfaites appartenant à ce plan.

On identifie ensuite les vecteurs de Burgers correspondant aux dislocations de la configuration, en utilisant le critère de contraste presque nul, lorsque $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ pour les dislocations parfaites et $\vec{g} \cdot \vec{b} = \pm 1/3$ pour les imparfaites.

A ce propos, lorsque les conditions d'observations sont telles que le noeud est en contraste, celui-ci apparaît noir dans une matrice claire. Deux bords pour lesquels $\vec{g} \cdot \vec{b} = \pm 1/3$ sont plus flous que celui pour lequel $\vec{g} \cdot \vec{b} = 2/3$. (voir photographie 59).

Par contre, lorsqu'il est hors contraste, deux dislocations sont visibles ($\vec{g} \cdot \vec{b} = 1$) et la troisième invisible ($\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$).

Ceci est résumé dans le tableau ci-dessous.

Contraste du noeud	Vecteur de diffraction utilisé	Valeur de $\vec{g} \cdot \vec{b}$ pour les dislocations de Shockley
En contraste	$ 111 $	2 dislocations $ \vec{g} \cdot \vec{b} = 1/3$
	$ 200 $	1 dislocation $ \vec{g} \cdot \vec{b} = 2/3$
	$ 220 $	
Hors contraste	$ 220 $	2 dislocations $ \vec{g} \cdot \vec{b} = 1$
		1 dislocation $ \vec{g} \cdot \vec{b} = 0$

4.4.3 Calcul de l'énergie de défaut d'empilement γ

Nous employerons la méthode de BROWN et THOLEN. Les figures 58 et 59 donnent la valeur de l'énergie de défaut d'empilement intrinsèque en fonction de ω , ρ , et du caractère θ du noeud pour le cas des cuproaluminiums. La variation relativement faible de l'énergie γ en fonction du caractère du noeud θ , pour un rayon inscrit ω , figure 58, nous a fait opter pour la détermination de l'énergie au moyen de ce seul paramètre. On peut comparer sur la figure 59 les valeurs de γ , obtenues pour un rayon de courbure ρ . Il apparaît une variation beaucoup plus importante avec le caractère θ .

Nous avons, d'autre part, établi des tables donnant les valeurs de γ_e et γ_i , en fonctions des largeurs d_i et de mesurées sur les rubans doubles de faute, au facteur de correction pris ($\cos^2 \theta + \frac{\sin^2 \theta}{1-\nu}$). Nous ne les avons pas faites figurer dans cet exposé.

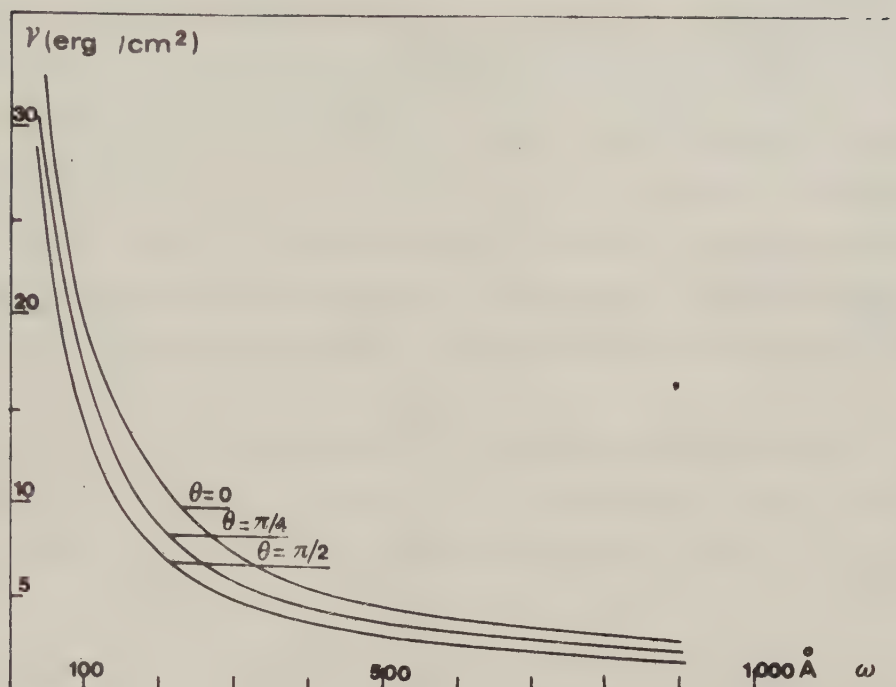


Fig. 58

- $\nu = f(\omega)$ -

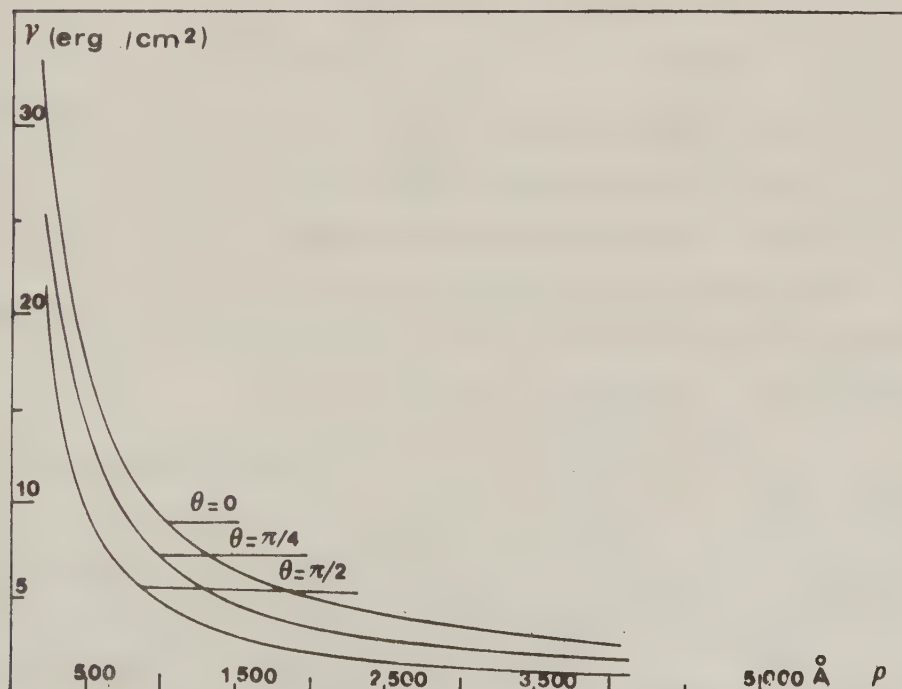


Fig. 59

- $\nu = f(\rho)$ -

4.5 - RESULTATS -

4.5.1 Méthode statistique adoptée

Nos travaux ont été faits sur un microscope électronique JEM 7, sous une tension accélératrice de 100 KV. Nous ne disposons alors que d'une platine goniométrique permettant un angle d'inclinaison de $\pm 10^\circ$ au maximum. Il nous a donc été impossible de réaliser un positionnement correct de la lame par rapport à des axes solidaires du microscope, pour chaque observation. Aussi, nous avons été obligés de faire les hypothèses de travail suivantes.

a) La préparation des lames donnant au cours du recuit une recristallisation préférentielle de surface suivant un plan du type (110) (vérifié dans la majorité des cas), l'observation des noeuds aura lieu dans des plans (111) faisant un angle de 35° avec la surface (LE MURR). Nous avons donc admis pour Ω un angle moyen de 30° .

b) Nous avons adopté une valeur moyenne de 30° pour le caractère des configurations, lors de la détermination finale de l'énergie γ . Celle-ci correspond à peu près aux observations de divers chercheurs :

LE MURR	:	34° , (1969)
COULOMB et Gols:		25° sur des alliages CFC du nickel (1967)
B.J. THOMAS	:	θ toujours compris entre 0 et 30° (1968)
SAARINEN	:	θ toujours compris entre 0 et 30° (1968)

On peut penser que cette valeur de 30° donnera une valeur de γ érronée pour une seule mesure, mais fournira une énergie plus exacte en calculant la moyenne des mesures obtenues pour un grand nombre de noeuds et de rubans.

Nous avons essayé dans la mesure du possible de ne prendre seulement que les noeuds isolés ou en réseau, mais suffisamment éloignés les uns des autres et offrant bien sûr le maximum de symétrie.

Dans chaque cas, nous avons relevé les trois valeurs de ω' , en projetant la plaque négative à un agrandissement de 10, de manière à ce que l'agrandissement final varie entre 300.000 et 500.000. Nous avons ensuite corrigé leur valeur en tenant compte des hypothèses adoptées, puis calculé la moyenne $\bar{\omega}$ et l'écart type σ_ω de la distribution statistique obtenue. C'est cette valeur $\bar{\omega}$ dont nous nous servons pour la détermination de l'énergie γ .

4.5.2 Sources d'erreurs dans la mesure des dimensions de la configuration

Les mesures des rayons apparents ω' , ainsi que celle des largeurs des rubans de défaut doubles, sont en général faussées par des erreurs provenant de :

a) l'imprécision de l'étalonnage du microscope qui peut atteindre 15 % pour des grossissements élevés.

b) l'imprécision de la position apparente sur l'image des contours des configurations. Cette imprécision, nous l'avons vu, est due aux effets de contraste, (HOWIE - WHELAN, 1962, SILCOCK - TUNSTALL, 1964). Cette erreur peut atteindre 25 Å ; elle est donc de l'ordre de 10 %.

c) l'imprécision des mesures faites sur l'agrandissement. Nous estimons cette erreur à ± 20 Å.

A ceci, il convient d'ajouter les incertitudes dues à la méthode de BROWN et THOËLEN à la variation du coefficient μ avec la teneur des alliages, et aux hypothèses de travail adoptées ($\Omega = 30^\circ$, $\theta = 30^\circ$).

Néanmoins, l'erreur éventuelle due à l'étalonnage des grossissements du microscope ne devrait pas influencer dans cette étude, tout au moins en valeurs relatives, puisque les configurations sont pratiquement toujours observées avec les mêmes conditions de grossissement.

4.5.3 Résultats expérimentaux

Nous avons étudié 3 nuances binaires monophasées à 5, 6 et 8 % en poids d'aluminium, et 3 nuances ternaires pour chaque élément d'addition, soit :

UA6 Ni 1, UA6 Ni 2, UA6 Ni 3,
UA6 Fe 1, UA6 Fe 2, UA6 Fe 4,
UA6 Mn 1, UA6 Mn 2, UA6 Mn 4.

Pour la plupart d'entre-elles, nous avons déterminé l'énergie de défaut d'empilement intrinsèque γ_i par la méthode des noeuds triples et celle des rubans doubles.

Nous donnons, dans le tableau A, le nombre de mesures effectuées, la moyenne $\bar{\omega}$ des mesures des rayons corrigés, l'écart type σ_ω , et la valeur de l'énergie γ_i correspondante (avec $\theta = 30^\circ$) pour chaque nuance, par la méthode des noeuds. Les résultats relatifs à la méthode des rubans doubles, pour les alliages qui ont permis cette détermination, figurent dans le tableau B.

Variations de l'énergie de défaut d'empilement intrinsèque.

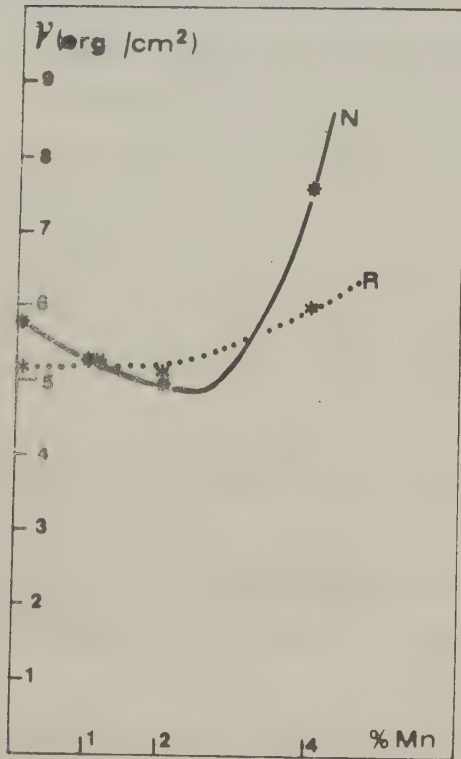


Fig. 60 Ternaires au MANGANESE.

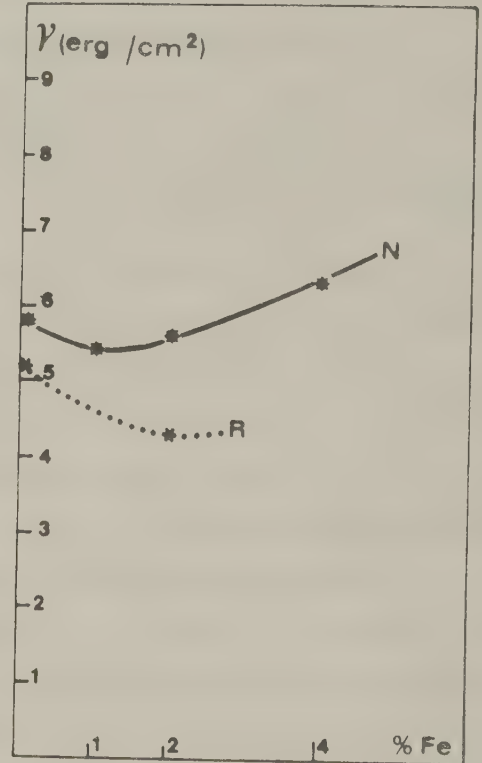


Fig. 61 Ternaires au FER.

Fig. 62 Binaires

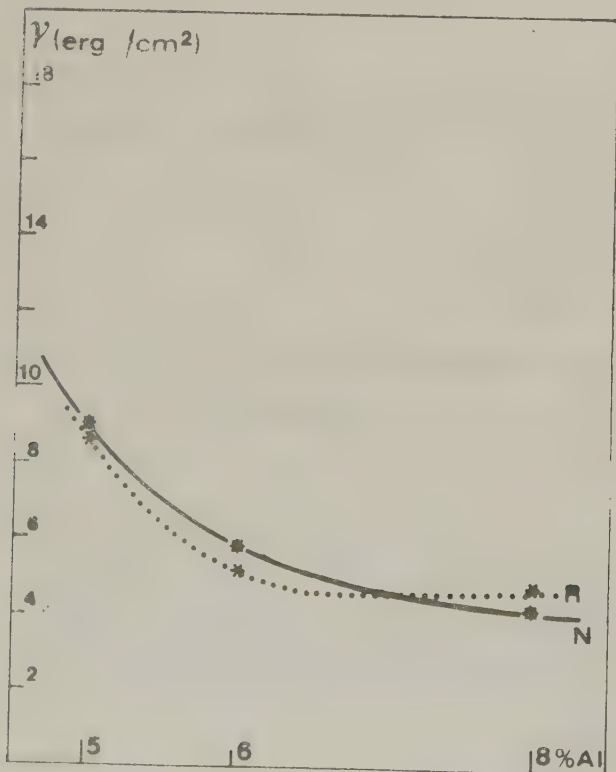
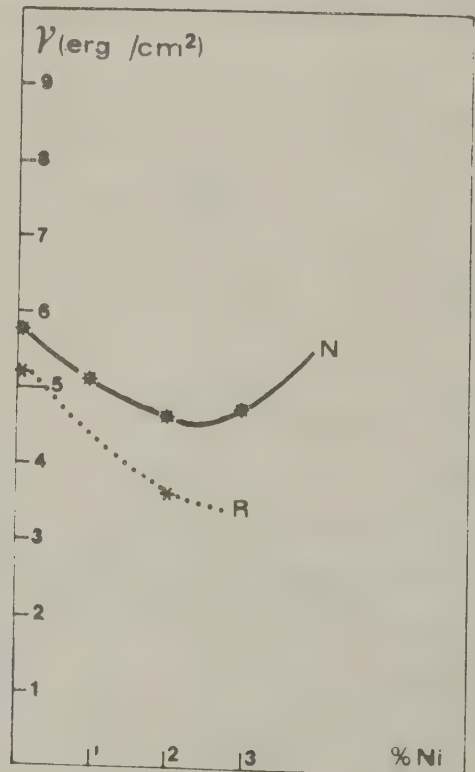


Fig. 63 Ternaires au NICKEL.



Nous avons tracé les courbes correspondant aux variations de γ_i avec la teneur des constituants, figures 60 à 63. Nous ne pouvons pas donner d'erreur possible pour chaque valeur de l'énergie, car la méthode employée nous interdit toute estimation. Cependant, nous pouvons penser que les variations relatives, d'un alliage à l'autre, sont données avec plus de précision que les valeurs elles-mêmes.

La courbe 64, sur laquelle figurent les variations de γ_i pour les trois éléments d'addition, fait apparaître une décroissance de γ_i lorsque l'on passe respectivement du fer au manganèse, puis au nickel, pour des teneurs inférieures à 3 %. Au delà, on constate une brutale augmentation pour le manganèse et probablement pour le nickel.

Les résultats obtenus par la méthode des rubans doubles sont le plus souvent inférieurs. Cependant, une plus grande erreur entâche leur valeur, car le positionnement exact de la partielle centrale est toujours délicat et bien souvent approximatif.

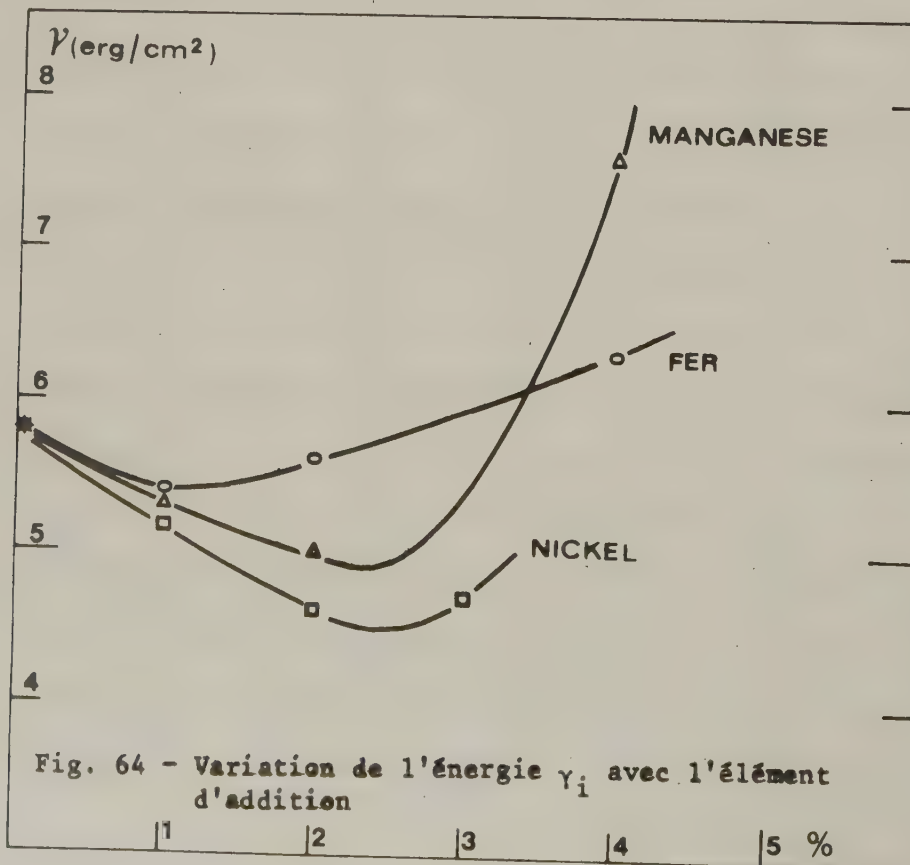
TABLEAU A

Alliage	nombre de rayons corrigés	$\bar{\omega}$ en Å	σ_{ω} en Å	γ_i en erg/cm ²
UA5	36	219	48	9,0
UA6	36	329	67	5,8
UA8	33	460	137	4,3
UA6 Fe 1	18	353	48	5,4
UA6 Fe 2	57	346	45	5,6
UA6 Fe 4	18	306	26	6,3
UA6 Mn 1	27	359	105	5,3
UA6 Mn 2	75	386	126	5,0
UA6 Mn 4	18	254	36	7,6
UA6 Ni 1	48	376	64	5,15
UA6 Ni 2	117	428	92	4,6
UA6 Ni 3	96	415	72	4,7

Nous donnons, d'autre part, en exemple, figures 65 et 66, un histogramme montrant la répartition des rayons mesurés pour les alliages UA6 Ni 2 et UA6 Ni 3.

TABLEAU B

Alliage	Nombre de rubans	$\bar{d}_i$ en Å	$\bar{d}_e$ en Å	$\bar{\sigma}_{di}$ en Å	$\bar{\sigma}_{de}$ en Å	γ_i en erg/cm ²	γ_e en erg/cm ²
UA5	8	227	193	43	44	8,6	10,0
UA6	17	381	263	111	65	5,2	6,7
UA8	10	400	320	-	-	4,8	5,6
UA6 - Ni 2	8	550	387	135	116	3,6	4,5
UA6 - Fe 2	6	454	345	56	74	4,3	5,2
UA6 - Mn 1	10	364	278	104	58	5,3	6,4
UA6 - Mn 2	14	384	281	64	55	5,1	6,4
UA6 - Mn 4	6	327	248	39	13	6	7,1



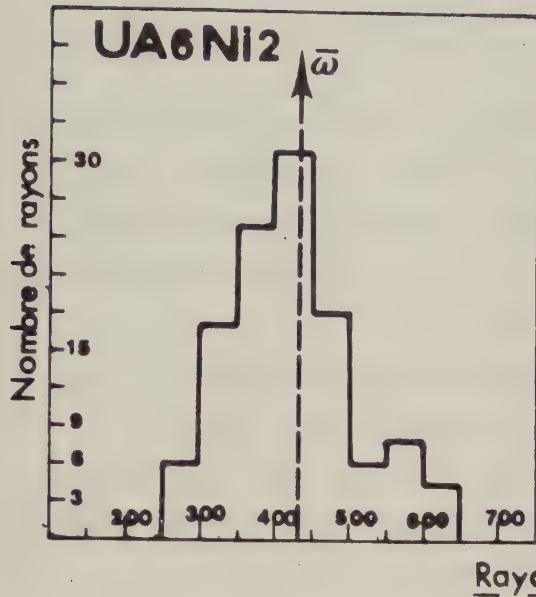


Fig. 65

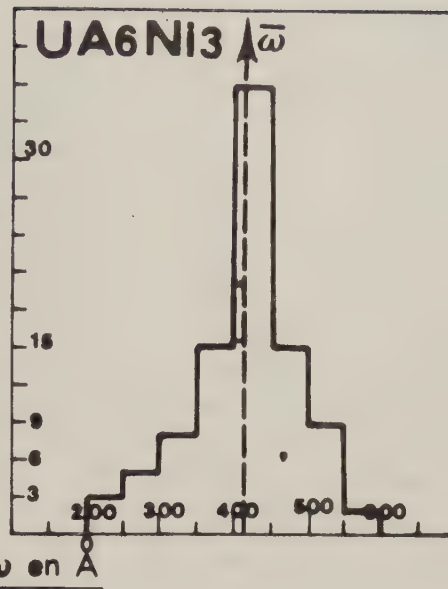


Fig. 66

4.5.4 Discussion - comparaison

Nous avons reporté sur la figure 69 les résultats des travaux de HOWIE-SWANN (1961), de GALLAGHER - KU (1967), de GALLAGHER, de KAMADA (1968), de TISONE - BRITAIN - MEESHI (1968), de SAARINEN (1968), de IMURA-ENOKIDO (1969), de PAHUTOVA - HOSTINSKY (1969), de PANDE (1970), relatifs à des cuproaluminiums binaires. Nos résultats, pour des alliages UA5, 6 et 8, soit pour des concentrations atomiques de 1,22, 1,26 et 1,34, sont également portés sur ce graphique. Nous pouvons constater qu'ils sont en bon accord avec ces diverses déterminations, et ce, malgré les hypothèses que nous avons été obligés de faire.

Nous pouvons ainsi penser que les résultats obtenus pour les alliages ternaires sont également près des valeurs exactes, et tout au moins leurs variations relatives acceptables.

Les seuls résultats que nous ayons trouvés sur les alliages ternaires se rapportent à des mesures faites par SALOMEN et Cols (1969) sur des alliages à 6 % en poids d'aluminium, et obtenus par addition de manganèse, jusqu'à 6 % en poids. Nous les avons reportés sur la figure 67. La méthode utilisée est celle des rayons X. La figure 68 donne les mêmes valeurs de γ trouvées, en fonction de la concentration atomique e/a. Les N° indiqués désignent le pourcentage d'addition de manganèse. On remarque que les points obtenus sont situés sur la courbe expérimentale des Cu Al binaires.

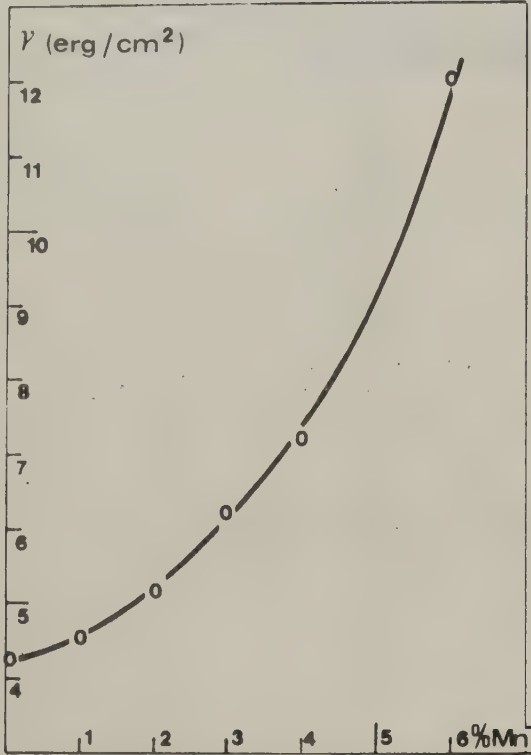


Fig.67 - Variation de l'énergie γ en fonction de la teneur en Mn. (SALONEN)

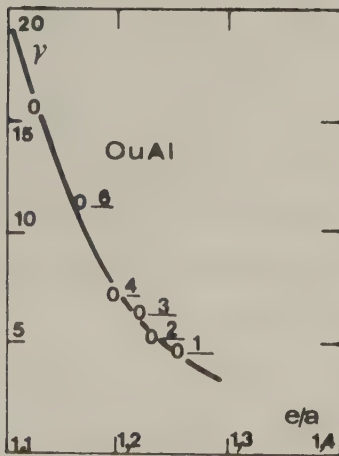


Fig.68 - Variation de l'énergie γ en fonction de la teneur en Mn exprimée en électrons par atome.

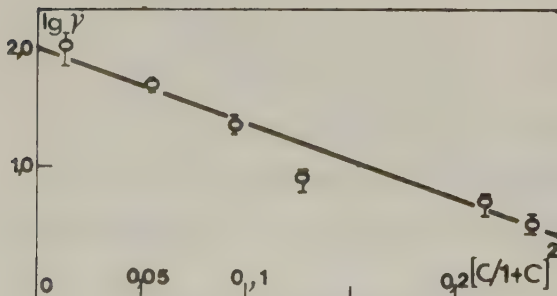


Fig.70 - Variation de γ en fonction de $|C/(1+C)|^2$

A l'inverse de notre détermination, il n'ont pas observé de minimum situé approximativement à un pourcentage de 2,5 %, mais une croissance continue de l'énergie.

Notons encore que GALLAGHER et LIU (1969) ont déterminé l'énergie γ du cuivre, à partir de celle des cupro-aluminums, égale à 94 ± 30 ergs/cm², en appliquant la formule :

$$\gamma_{CuAl} = \gamma_{Cu} \cdot \exp \left[K \left(\frac{C}{1+C} \right)^2 \right]$$

$$\text{ou } C = \frac{X}{X_0}$$

X est la concentration en atomes %, X_0 la solubilité limite en atomes % à haute température,

et K une constante égale à -10,2.

Voir figure 70

Pour terminer cette étude, il est important de relever l'influence de la température et de la température de recuit sur l'énergie de défaut d'empilement.

Ainsi, NORDSTROM - BARRET (1969) ont montré que dans un alliage Cu - 6,9 % Si, une élévation de température provoque une diminution de la taille du noeud et son élimination progressive. De même, SWANN - NUTTING (1962) ont observé dans des Cu Al à différentes températures une décroissance de la taille du noeud avec une augmentation de la température.

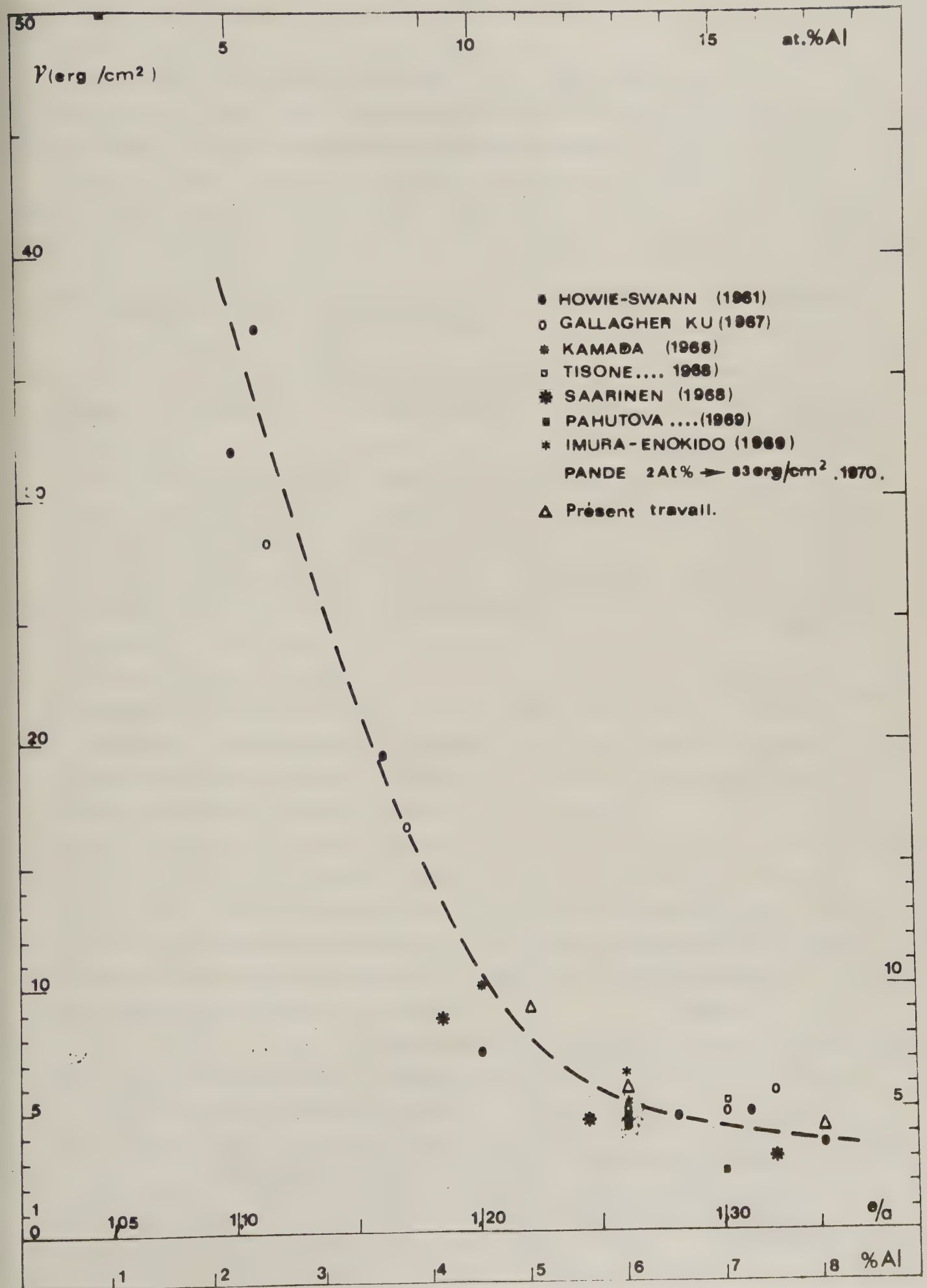


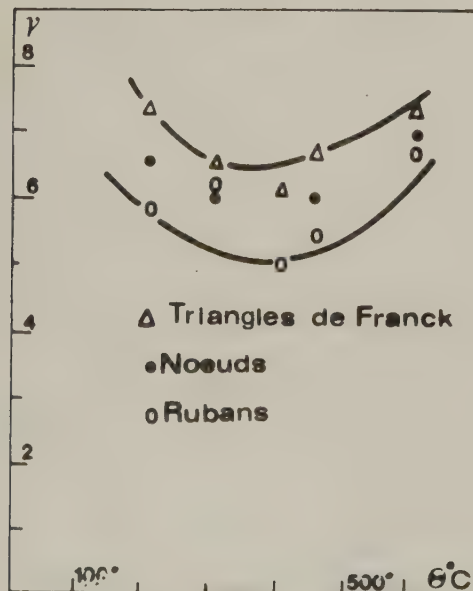
Fig. 69 - Energie de faute d'empilement des cuproaluminiums binaires.

HOWIE - SWANN (1961) ont trouvé qu'un recuit à 250°C d'une heure (après déformation à température ambiante) ne produit aucun effet sur les alliages à 7 % Al et 4,5 % Al. Ce résultat est cependant en opposition avec les affirmations de CAHN-DAVIES (1960) qui pensent à une ségrégation dans ces alliages à partir d'une température de 200°C. Mais un recuit à 450°C d'environ une heure, suivi d'une trempe, donne des effets notables dans l'alliage Cu Al 7 %. HOWIE et SWANN trouvent en effet une diminution des dimensions du noeud, qui fait passer γ de 1,5 à 5 ergs/cm². Ils pensent qu'il est possible que les atomes solubles (déjà en ségrégation dans les fautes) quittent les fautes d'empilement.

TISONE et Cie (1969) trouvent que l'énergie de faute d'empilement d'un Cu Al à 15 atomes % d'Al croît avec la température, tout au moins dans un intervalle 300-600°C.

NORDSTROM - BARRET (1969) ont étudié l'effet d'un recuit sur un Cu 6,9 % Si. Jusqu'à 200°C, l'énergie γ ne varie pas, et vaut 8,3 ergs/cm². Au delà de 300°C, elle passe à 9,3 ergs/cm² et ne varie plus. Le phénomène est identique à celui trouvé dans les Cu Al par J.W. CHRISTIAN - SWANN. Ils pensent à une force due aux atomes solubles qui empêcherait le noeud d'atteindre sa taille d'équilibre à la température ambiante.

Signalons enfin les travaux de divers chercheurs qui ont essayé de relier le degré d'ordre à courte distance avec l'énergie de faute d'empilement γ :



Température de trempe

Fig. 71 - Variation de l'énergie γ en fonction de la température de trempe.

- MATSUO - CLAREBROUGH qui ont trouvé beaucoup d'ordre à courte distance en dessous de 350°C et au dessus de 550°C.
- GALLAGHER (1970) qui a étudié l'influence de la température sur l'énergie γ , la relation entre l'énergie γ et le degré d'ordre à courte distance, et les effets de la ségrégation sur γ dans les Cu Al.
- TISONE et Cie (1969) qui ont analysé la dépendance du degré d'ordre à courte distance et de l'énergie de faute d'empilement, en mesurant γ en fonction de la température de traitement dans un Cu Al à 15 atomes % d'aluminium.

CHAPITRE 5

CORROSION SOUS TENSION

5.1 - NATURE DE LA CORROSION SOUS TENSION -

5.1.1 - Aspects généraux

Lorsque la fissuration par corrosion sous tension est clairement un phénomène électrochimique, de nombreuses études ont déterminé la nature anodique du cheminement de la fissure à travers les grains, dans les alliages susceptibles.

Cependant, on se trouve souvent devant des difficultés pour l'explication de l'amorçage des criques. Ainsi, la fissuration par corrosion sous tension des alliages monophasés pose beaucoup de problèmes, car il n'y a pas a priori de chemin préférentiel pour la fissuration. Une autre difficulté dans de tels alliages réside dans l'explication de la vitesse élevée de fissuration qui se révèle être plus grande que celles généralement observées (SWANN - EMBURY, 1965).

Il semble, d'autre part, que la corrosion sous tension n'ait lieu que dans des milieux qui ne produisent pas eux-mêmes qu'une attaque faible mais localisée, sans attaque générale. Elle serait très intense sur des parcours très étroits de l'ordre peut être de la distance interatomique. Selon HARWOOD, une sensibilité à une attaque généralisée serait ainsi nécessaire.

Mais, d'où vient cette sensibilité localisée ? On pense qu'elle serait en relation avec l'énergie de faute d'empilement et le degré d'ordre. On pense également que l'initiation est liée à l'existence d'une couche passivante, dont une rupture accidentelle serait à l'origine de l'attaque. Ceci donnerait une grande importance à la nature même de cette couche, une couche "fragile" entraînant la naissance de nombreuses criques.

Nous verrons cependant que de nombreux exemples infirment souvent une affirmation, et que, lorsqu'une certaine tendance se dessine, il faut se garder d'en tirer des règles bien strictes.

Nous ne nous intéresserons dans cette étude qu'aux aspects physiques et métallurgiques du problème. Avant d'analyser les théories existantes sur l'initiation et la propagation des fissures, à partir des données purement physiques (dislocations, énergie de faute d'empilement, degré d'ordre ...), nous étudierons

les effets et l'influence sur la corrosion sous tension :

- de la composition chimique du matériau,
- du milieu ambiant,
- de la tension,
- de l'état et des traitements de surface, et des traitements thermiques.

On peut se rendre compte, à l'énoncé de ces différents facteurs, de la complexité du problème, et comprendre que si dans beaucoup de cas particuliers la corrosion sous tension est expliquée, on peut difficilement donner une théorie générale.

5.1.2 - Influence de la composition chimique, du milieu ambiant, de la tension, de l'état et des traitements de surface, et des traitements thermiques

5.1.2.1 Influence de la composition chimique

Le problème du rôle de la composition chimique, vis-à-vis de la susceptibilité d'un alliage à la corrosion sous tension, rejoint celui de l'influence des éléments d'addition sur l'énergie de défaut d'empilement. L'influence d'un élément sur la tenue d'un alliage peut être soit de nature électrochimique, soit de nature physique. En effet :

* Soit il a une forte action sur les propriétés de la couche passivée (ainsi MOR - SCOTTO - TREVIS pensent que le nickel aurait une importance essentielle sur la stabilité du film protecteur).

* Soit il modifie l'énergie de défaut d'empilement en faisant varier la répartition des dislocations.

Notons cependant qu'il existe dans certains Cu Al polyphasés une phase métastable particulièrement vulnérable (F. GAILLARD, 1967), qui est constituée par la martensite métastable, stable seulement à haute température. L'addition de nickel (entre autres) forme une phase riche en nickel autour de ces plages en améliorant ainsi la tenue à la corrosion.

Pour BOBYLEV, la corrosion du cuivre et de ses alliages peut être due à la présence de certains éléments instables (comme le zinc) dans le milieu considéré. Il pense également que des éléments d'addition ne rendent pas l'alliage susceptible à la corrosion si :

1°) la concentration du milieu est telle qu'elle provoque une attaque généralisée ;

2°) les contraintes de surface sont faibles ;

3°) la différence entre la résistance à la corrosion de cet élément et du cuivre est faible.

Elément	%	Taux de contrainte
Zinc	10.03	5 000 p SI
	5.18	10 000 p SI
	5.18	15 000 p SI
Phosphore	0.04	10 000 "
Arsenic	0.052	10 000 "
	0.125	15 000 "
Antimoine	0.109	5 000 "
	0.109	10 000 "
	0.01	15 000 "
Silicium	0.11	10 000 "
	0.11	15 000 "
Nickel	1.98	10 000 "
Aluminium	0.51	10 000 "

D.H. THOMPSON et A.W. TRACEY ont proposé des minima en-dessous desquels les éléments d'addition au cuivre ne donnent lieu à aucune corrosion sous tension en atmosphère ammoniacale, à différents taux de contraintes (tableau ci-contre).

Enfin, LOGAN et UGIANSKY se sont penchés sur les cuproaluminiums. Ils pensent que les alliages de 5 à 10 % d'aluminium et jusqu'à 3,5 % de fer peuvent subir la corrosion sous tension.

5.1.2.2. - Influence du milieu ambiant

Il n'existe qu'un petit nombre d'agents corrodants provoquant la corrosion sous tension d'un alliage donné. Les conditions chimiques favorisant cette fissuration sont souvent celles d'une passivité limite (TRAUMAN J.S., PERRY R., CHAPMAN G.N. C'est-à-dire que la nucléation et la fissuration ont lieu lorsque l'activité chimique est localisée aux défauts d'une couche de surface qui, autrement, serait protectrice. LOGAN a proposé un mécanisme de fissuration basé sur cette idée.

Cette couche mince peut présenter des dislocations localisées de nature et d'origine diverses. Nous concevons ainsi que la nucléation et la propagation des fissures par corrosion sous tension exigent (condition électrochimique) que l'agent extérieur forme une couche protectrice passive protectrice de l'alliage .

Cependant, il a été observé qu'une fissuration transgranulaire apparaît facilement dans les aciers inoxydables exposés dans du $Mg\ Cl_2$ bouillant, et pour lesquels il est bien connu qu'aucun film de surface ne se forme.

Tous les agents provoquant la passivation de l'alliage ne sont pas pour autant responsables de la corrosion sous tension. Ceci ne représente donc pas une condition en soi. La formation de cette couche doit être suffisamment lente, et pas trop stable, pour que la corrosion se produise. La solution corrodante doit produire une certaine forme d'hétérogénéité sur la surface pour donner une corrosion sélective. On considère que, dans ce cas, le phénomène est de type hétérogène ou sélectif. Cette hétérogénéité de surface reste liée à la tension et à la déformation d'une part, et comme nous le verrons plus loin, à l'existence de marches de glissement.

L'influence du milieu ambiant est donc prépondérante. Mais il faut distinguer les cas particuliers où l'on n'est pas en présence de corrosion sous tension proprement dite, mais d'une corrosion intergranulaire accélérée par la tension.

Enfin, certains auteurs pensent, qu'étant seulement limitée à certains alliages, la corrosion sous tension ne sera jamais observée dans les métaux purs, quel que soit l'agent corrodant (WEST, 1965).

5.1.2.3 Rôle de la tension

Après le rôle sélectif du milieu, il est évident que celui de l'état de contrainte est également très important. Les auteurs ne sont pas du même avis en ce qui concerne le taux de contrainte nécessaire à l'apparition de la corrosion sous tension. Certains conviennent qu'une tension au moins supérieure à la limite élastique (donc accompagnée d'une déformation plastique) est indispensable. D'autres observent cette même corrosion à des taux plus faibles.

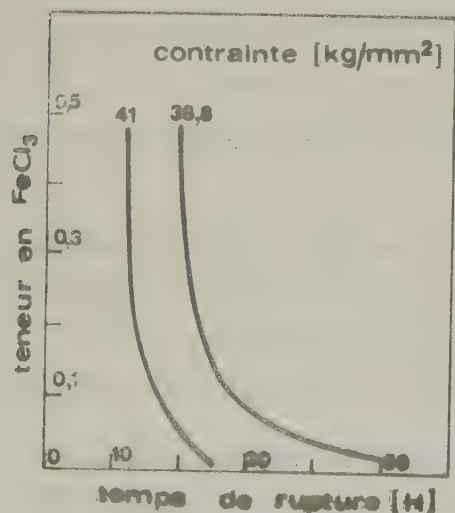


Fig. 72 - Résistance à la rupture d'un acier inoxydable 10-8

Si une tension plus élevée abaisse souvent le temps de rupture, la vitesse de corrosion dépend elle aussi de cette tension (TERNES admet en première approximation qu'elle est proportionnelle à la charge).

On peut, à titre d'exemple, voir sur la figure 72 l'influence de la tension sur la résistance à la rupture d'un acier inoxydable 10-8.

SAARINEN (1967), pour sa part, a conclu que les fautes d'empilement induites par la tension ont une grande influence sur la corrosion transcristalline des cuproaluminums monophasés α .

Cette susceptibilité serait caractérisée par un seuil de tension. Sur la figure 73, il a tracé les courbes donnant les seuils des tensions mesurés par rapport à un système ammoniacal, et les efforts de cisaillement critiques (calculés à partir de la formule proposée par BROWN et THOËLEN) en fonction de la teneur en aluminium. Malgré les erreurs expérimentales, il pense que la tension critique de cisaillement est approximativement égale au seuil de tension. Ceci pourrait être expliqué simplement par le fait que, lorsque l'on dépasse la tension critique de cisaillement, de larges fautes d'empilement sont créées, qui sont attaquées préférentiellement par corrosion sous tension (SWANN - NUTTING, 1959).

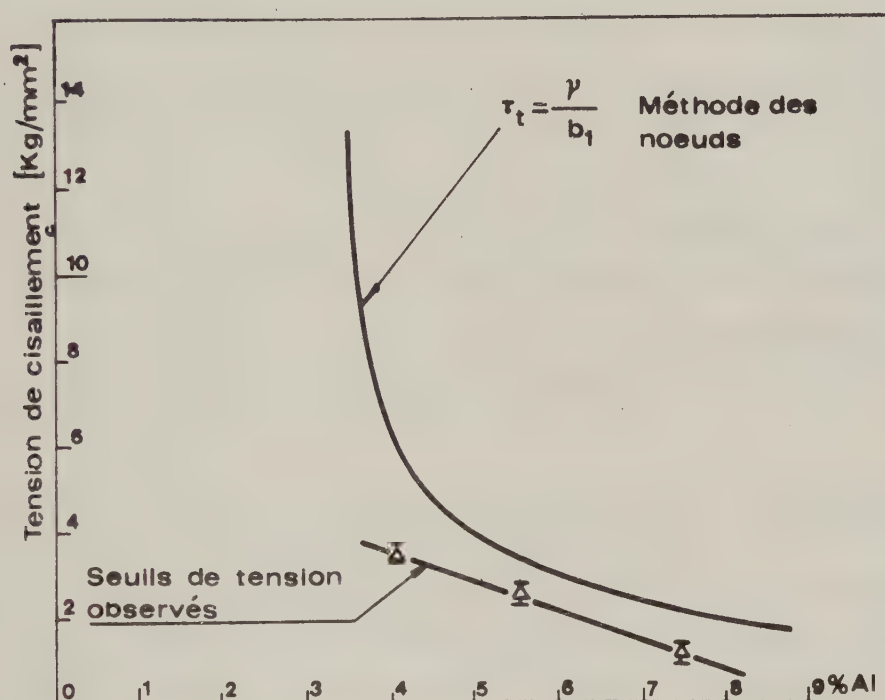


Fig. 73 - Seuils de tension.

Il apparaît donc que le facteur principal soit le dépassement d'un certain seuil de tension. La quantité dont celui-ci est dépassé n'ayant qu'une importance toute relative. On pense que la ségrégation d'atomes d'aluminium dans les zones en faute conduit alors la cinétique de la fissuration.

Précisons enfin que seuls les efforts de cisaillement provoquent ce type de corrosion. Ceci se remarque par exemple sur les essais de corrosion sous tension d'éprouvettes planes mises en flexion. Les fissures naissent et se propagent sur la face tendue et jamais sur celle en compression.

5.1.2.4 Influence de l'état et des traitements de surface, et des traitements thermiques

De nombreuses études technologiques ont montré la grande importance des états et des traitements de surface, et des traitements thermiques, dans la corrosion sous tension d'un alliage. Certains traitements sont capables d'éliminer les hétérogénéités physiques ou chimiques de la peau du métal. On peut citer par exemple :

- des différences de comportement des alliages AU 4G8 et AU 4SG suivant le traitement thermique envisagé : revenu à différentes températures de durées variables (G. APERT).

- des durées de vie très différentes sur des aciers soumis à divers traitements de surface (martelé, phosphaté, écroui, sablé ...). Y. LIBERT et A. HACHE (1965) concluent qu'un grenaillage ou un décapage, suivis d'un polissage électrolytique, augmentent considérablement cette durée de vie. Le rôle majeur du grenaillage et du sablage est une homogénéisation de la structure superficielle.

LEIHNER attribue cette amélioration à la création en surface d'une couche de BEILBY, qui éliminerait les chemins préférentiels de fissuration.

D. ARNAUD (1969) a étudié l'influence des traitements thermiques sur la désaluminisation des cuproaluminiums. Il déconseille l'emploi des Cu Al au fer et préconise l'emploi de Cu Al au manganèse après traitement de trempe et de revenu, et de Cu Al au nickel, aussi bien bruts de coulée, que traités par trempe et revenu.

J. TALBOT relie la formation de sites préférentiels à l'augmentation de la surface réelle d'un échantillon, qui peut être, par exemple, quatre fois plus grande que sa surface apparente lorsqu'elle est grossièrement polie.

Il ressort de ceci qu'un traitement thermique et l'état de surface jouent un rôle important dans la corrosion sous tension.

Il reste cependant à souligner qu'un traitement de surface peut avoir une action bénéfique pour un alliage donné, et avoir des conséquences désastreuses pour d'autres. Il n'y a donc pas de règle absolue là encore pour le bénéfice à tirer d'un traitement quelconque.

5.2 - ASPECTS PHYSIQUES DE LA FISSURATION -

Les considérations de microstructure sont importantes, car elles déterminent la localisation et la nature des sites chimiquement actifs. Il est apparu, au cours des dernières années, que les défauts de réseau jouent un rôle structurel primordial dans la corrosion sous tension. C'est ainsi que de nombreux chercheurs ont essayé de déterminer l'influence éventuelle des dislocations sur la nucléation et la propagation des fissures.

Par exemple, une dislocation apparaissant en surface représente une déformation en vertu de son domaine de déformation caractéristique. Elle augmente l'énergie libre de surface et représente un site actif pour l'attaque chimique (on en tire une technique bien connue pour révéler les dislocations par attaque sélective). Beaucoup d'auteurs ont constaté que les atomes d'impureté ou de soluté, associés aux dislocations, étaient bien souvent nécessaires pour que cette attaque ait lieu.

L'activité chimique des dislocations, arrêtées par des particules de précipité, peut être influencée par le comportement galvanique du système dislocation précipité, qui dépend lui-même de l'ensemble des déformations associées. Celles-ci sont liées à la position des particules de précipité sur un plan de glissement à l'intérieur d'un grain ou sur un joint de grain.

La fissuration peut être soit intergranulaire (attaque et propagation dans les joints de grains), soit transgranulaire (à l'intérieur d'un grain). Cependant, ces deux modes de fissuration peuvent se produire tous deux dans un même alliage, suivant les conditions de corrosion, et une fissure peut changer de mode en allant de l'intérieur vers les joints de grains par exemple (voir photos 103 et 104).

Nous analyserons les différentes théories existantes, sur l'initiation, et la propagation des fissures en corrosion sous tension, en mettant en évidence le rôle de l'énergie de faute d'empilement et du degré d'ordre à courte distance sur les arrangements de dislocations que nous relierons à la susceptibilité de l'alliage à la corrosion sous tension.

5.2.1 - Initiation et nucléation des fissures

Les causes d'initiation des fissures à la surface d'un alliage peuvent être de plusieurs natures. Cependant, quel que soit le mécanisme retenu, les sites favorables à une nucléation de fissure par corrosion sous tension doivent être anodiques par rapport au métal environnant, même en l'absence de film protecteur.

Ainsi, s'il a été suggéré que les dislocations créées par la tension peuvent rompre le film de surface et faire naître des sites anodiques pour le développement de la fissure, en l'absence de film protecteur (inoxydables dans Mg Cl_2 par exemple), de même les mécanismes de dislocations devront donner lieu à des discontinuités de composition qui sont importantes pour la nucléation des fissures transgranulaires.

De même qu'une précipitation intergranulaire peut amener une fissuration intergranulaire, une précipitation transgranulaire peut être la cause d'une attaque chimique préférentielle. L'emploi du microscope électronique a révélé par exemple une précipitation intragranulaire dans un alliage Mg Al à moins de 6 % d'Al qui est généralement considéré comme sans précipitation. Si une attaque chimique préférentielle apparaît dans les régions voisines de ces précipités, elles pourront donner lieu à une nucléation de fissures transgranulaires.

Mais, de nombreuses études ont montré qu'une des causes essentielles était une attaque électrochimique préférentielle, qui crée et propage des fissures transgranulaires à des discontinuités produites par glissement.

Il existe en effet à la surface d'un métal ce que l'on appelle "marches" de glissement ou "gradins". La hauteur de ces marches est caractéristique de la facilité qu'ont les dislocations au glissement dévié. Dans un alliage à faible

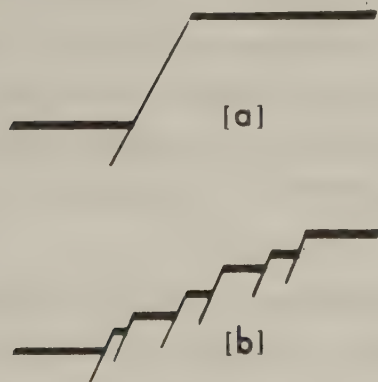


Fig. 74 - Marches de glissement.

énergie de faute d'empilement, le glissement dévié des dislocations étendues est difficile. Elles sont réparties en arrangements "planaires" dans un petit nombre de plans de glissement bien définis. En surface, ces plans de glissement forment des marches ou gradins peu nombreux mais de grandes dimensions (figure 74 (a)). Au contraire, dans un alliage à haute énergie de faute d'empilement, les dislocations sont enchevêtrées, les glissements déviés faciles ; les arrangements sont du type "cellulaires" (ex du cuivre), les plans de glissement sont très

nombreux. En surface, les marches formées sont de faible importance (figure 74 (b)).

TROMANS et NUTTING ont examiné des lames minces d'alliages de cuivre, exposées sous tension à une atmosphère ammoniacale, et des lames minces réalisées à partir d'échantillons massifs préalablement mis en corrosion sous tension.

Dans les deux cas, ils ont constaté que l'environnement produit une attaque en type de piquûre (pitting), et que souvent elles se forment aux sites des dislocations et le long des surfaces des marches de glissement. La nature anodique des plans de glissement étant expliquée par la ségrégation d'atomes solubles (ou de soluté) dans les dislocations.

PICKERING et SWANN sont arrivés aux mêmes conclusions, à partir d'alliages Cu Au, Cu Zn, Cu Al et Mn Al.

MURAKAMI - IKAI (1967) ont mis en évidence le rôle important joué par ces marches de glissement dans des monocristaux de laiton α . WILSDOFF et FOURIE, BRINDLEY et Colson ont étudié ces marches. Ils ont confirmé l'existence de marches de grande hauteur.

WILSDOFF et FOURIE disent que celle-ci pourrait croître jusqu'à 10 000 Å dans certains cas. Comme, d'autre part, le rayon de courbure à la racine de la marche est de l'ordre de la distance interatomique, on comprend qu'une concentration de contrainte puisse avoir lieu après une déformation, et la facilité pour une fissure d'apparaître.

En employant une technique de décoration des sites actifs par du platine (méthode due à NIELSEN), SWANN et EMBURRY (1965) ont constaté que les piquûres les plus importantes étaient rarement associées à des dislocations immergentes, mais par contre que les sites les plus décorés étaient les surfaces des marches de glissement.

De même, A. RONNQUIST (1966), à partir d'une étude au microscope électronique d'échantillons (et de répliques) soumis à la corrosion sous tension en atmosphère chlorée ou dans du $MgCl_2$, montre que la disposition des produits extraits sur répliques coïncide avec les directions des traces des plans de glissement. Il constate également que le film superficiel fermé au cours de la réaction chimique se fissure le long des marches dues au glissement en surface.

REED et PAXTON ont également montré que les fissures dans un monocristal sont nucléées aux marches de glissement. Ils considèrent trois paramètres importants pour l'initiation :

1°) l'épaisseur et les propriétés mécaniques du film de surface (déterminées par l'environnement et la composition de l'alliage).

2°) le mode de glissement : des marches de glissement "grossières" créent de plus fortes concentrations de contraintes à la surface du métal et sont plus facilement la cause de rupture de film. Si le film de surface est fragile,

un glissement plus "fin" produira moins de dégâts. L'existence de marche importante étant liée à la structure du métal, à un degré d'ordre à courte distance et à une énergie de faute d'empilement faible.

3°) le taux de fluage de certains plans de glissement "actifs", qui détermine le taux de production de nouveaux sites anodiques.

R. STAELHE (1970) pense que, dans le cas de gradins de faible importance, la vitesse de repassivation est en général suffisante pour colmater les brèches créées par une attaque localisée (figure 75 (b)). Si les marches sont de grande importance, la couche passivée est beaucoup plus endommagée, et une plus grande surface du métal nu est exposée à l'action du milieu. Si la vitesse de

repassivation est moins grande que la vitesse de dissolution, l'amorce d'une fissure peut se produire lorsque la concentration de contrainte est suffisante (figure 75 (a)).

Notons également que SWANN et NUTTING (1960) ont trouvé, lors du polissage électrochimique de lames minces d'alliages de cuivre, une attaque préférentielle dans les régions de fautes d'empilement.

Tous ces travaux confirment l'importance des marches de glissement vis-à-vis de la nucléation des sites de fissuration en corrosion sous tension.

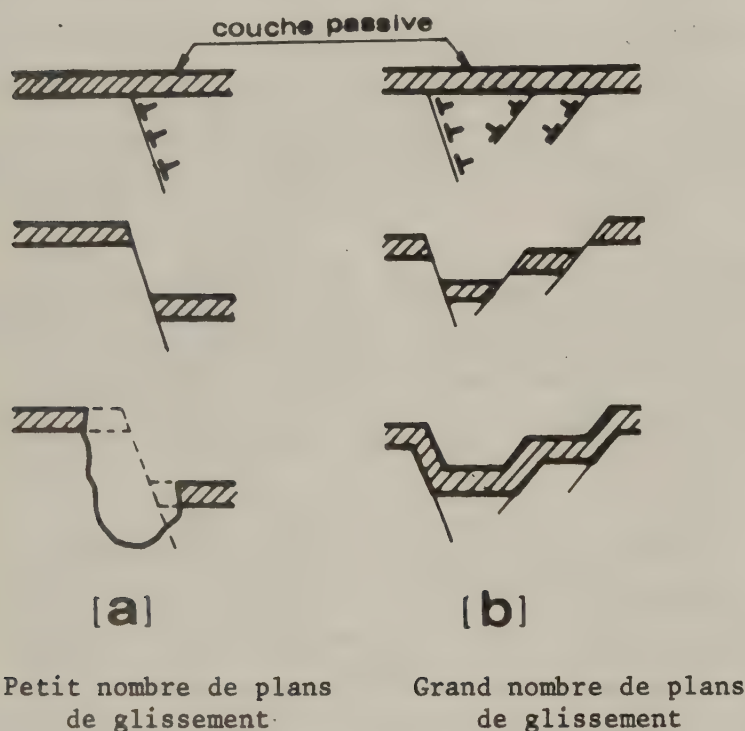


Fig. 75

Nous étudierons plus loin les liaisons entre la tenue des alliages et les causes des variations des hauteurs de ces marches, c'est-à-dire les structures de dislocations, l'énergie de faute d'empilement et le degré d'ordre à courte distance.

5.2.2. Propagation des fissures

Plusieurs mécanismes de propagations de fissures ont été proposés, et tous font appel aux dislocations. En effet, le processus demande toujours une dissolution d'atomes "actifs" dans les zones de déformations des dislocations

(bien que les différences de milieu ou de structure de l'alliage puissent déterminer le chemin de fissuration).

On a ainsi pensé que des dislocations en surface au sommet de la fissure peuvent réduire notablement la polarisation d'anode. Des expériences ont montré que la polarisation est suffisante pour développer une densité de courant d'anode assez élevée pour expliquer le taux de propagation des fissures par corrosion sous tension.

Pour EDELEANU, la propagation des fissures se fait en deux étapes, soit alternativement un mouvement lent et un mouvement rapide. La période lente, d'après SWANN et NUTTING (1960) serait associée à une dissolution le long des défauts pour donner une fissure. Celle-ci pourrait alors se propager le long de la zone hexagonale compacte de la faute. Elle serait stoppée à l'intersection d'un autre défaut dans un système conjugué. Il y aurait alors une nouvelle attaque chimique suivie d'une nouvelle propagation.

Il existe également une théorie basée sur l'adsorption. Certains ions fermés par réaction entre l'alliage susceptible et l'environnement peuvent abaisser l'énergie de liaison entre les atomes au sommet de la fissure, de telle sorte qu'elle peut se propager à l'aide d'une petite déformation plastique. Selon STOLOFF et JOHNSTONE, la force nécessaire à la fracture est donnée par :

$$\sigma_F = \left(\frac{E \omega}{c} \right)^{1/2}$$

où E est le module effectif au sommet de la fissure,

c la longueur de la fissure (diamètre des grains),

et ω l'énergie apparente de surface (comportant l'énergie de liaison entre les atomes au sommet de la fissure, et le travail plastique pour la propagation).

On trouve des valeurs très basses de ω , ce qui indique que l'énergie de liaison est considérablement abaissée par l'environnement. Le rayon de la fissure peut être très petit, de l'ordre de la distance inter-atomique. Si une dissolution apparaît au sommet de la fissure, le mécanisme de fissuration devient purement électrochimique. Si elle apparaît seulement par instant, on est en présence d'un mécanisme périodique, électrochimique et mécanique.

On retrouve encore un mécanisme de fissuration en deux étapes dans la théorie suivante. Sous l'action de la tension appliquée et des contraintes produites par les produits de corrosion (NIELSEN), il y a création de dislocations et de concentrations de contraintes suffisantes pour provoquer une fracture fragile si :

$$nb \sigma_{eff} > kw$$

- où n est le facteur de concentration de contrainte ($<$ nombre de dislocations dans l'empilement),
- b le vecteur de Burgers de l'empilement,
- σ_{eff} la tension appliquée sur l'empilement,
- k une constante,
- w la somme du travail plastique lors de la propagation de la fissure et de l'énergie de surface de la zone de la fissure exposée.

Ceci rejoint le processus envisagé par HARWOOD, d'après les travaux de DIX, et développé plus tard par KEATING et HEADEN, selon lequel :

* 1°) une attaque localisée se produit suivant des canaux très étroits donnant lieu à de minces fissures ;

* 2°) la croissance d'une fissure entraîne une concentration de contraintes à son extrémité, pouvant même amorcer une rupture par suite d'une déformation plastique localisée ;

* 3°) suivant les conditions, la fissure peut, soit traverser l'échantillon, soit être arrêtée par exemple sur un joint de grain d'orientation défavorable, une discontinuité du réseau, ou une inclusion non métallique ;

* 4°) bien que l'on admette comme facteur principal de propagation l'agent mécanique, l'action électrochimique peut aider à cette pénétration. En effet, l'extension de la fissure expose le métal nu à l'action de l'agent corrosif introduit par action capillaire, pouvant provoquer le partage de la fissure en son point d'arrêt ;

* 5°) l'accélération de la vitesse de corrosion diminue alors rapidement, par suite de la polarisation et de la naissance d'un film protecteur ;

* 6°) à ce stade, nous retrouvons les conditions initiales et le cycle peut se répéter à partir des parois de la fissure.

Les observations, montrant que le glissement dévié des dislocations est difficile dans les métaux susceptibles à la fissuration par corrosion sous tension, corroborent l'explication d'un mécanisme en deux temps. On se heurte pourtant à une difficulté lorsque l'on essaye de comprendre qu'une fissure fragile puisse se développer dans les alliages monophasés susceptibles, qui, à un taux de tension élevé, et à basses températures, sont parmi les plus ductiles des matériaux.

On pense que de fortes concentrations de contraintes ne peuvent pas se développer car les empilements de dislocations dégénèrent en groupe de dipôles. Ceux-ci n'ont pas un champ de contraintes à longue distance, et ne prennent pas part à l'initiation des fractures fragiles. Cependant, on pense que cette équation $\left| \sigma_F = \left(\frac{E \omega}{c} \right)^{1/2} \right|$ exige, dans les alliages susceptibles, une fragilisation de surface durant l'exposition, qui empêche la relaxation de fortes contraintes locales.

* Enfin, beaucoup d'études par microscopie électronique (WEST - HONEYCOMBE (1965), NIELSEN (1964)), d'alliages susceptibles à la corrosion sous tension, montrent que le mode caractéristique de fissuration est la corrosion dite "tunnel" (figure 76).

Une fissure commence à creuser une cavité tubulaire P_1 en suivant une ligne de dislocations. Si l'on superpose une tension, une concentration de contrainte se produit à la racine de la fissure et donne des glissements localisés suivant plusieurs systèmes de glissement. Des dislocations passent dans la cavité. Celles en provenance d'un seul système de glissement produisent un rebord, tandis que l'on peut obtenir une rangée de vides V_1 avec des paires de dislocations provenant de deux systèmes S_1 et S_2 . Cette rangée augmente de plusieurs diamètres atomiques la dimension de la cavité, et la transforme en fissure. Le liquide est alors introduit par action capillaire dans la rangée de vide V_1 et le métal nu est exposé à son action corrosive. Il pourra se former d'autres canaux du type P_2 .

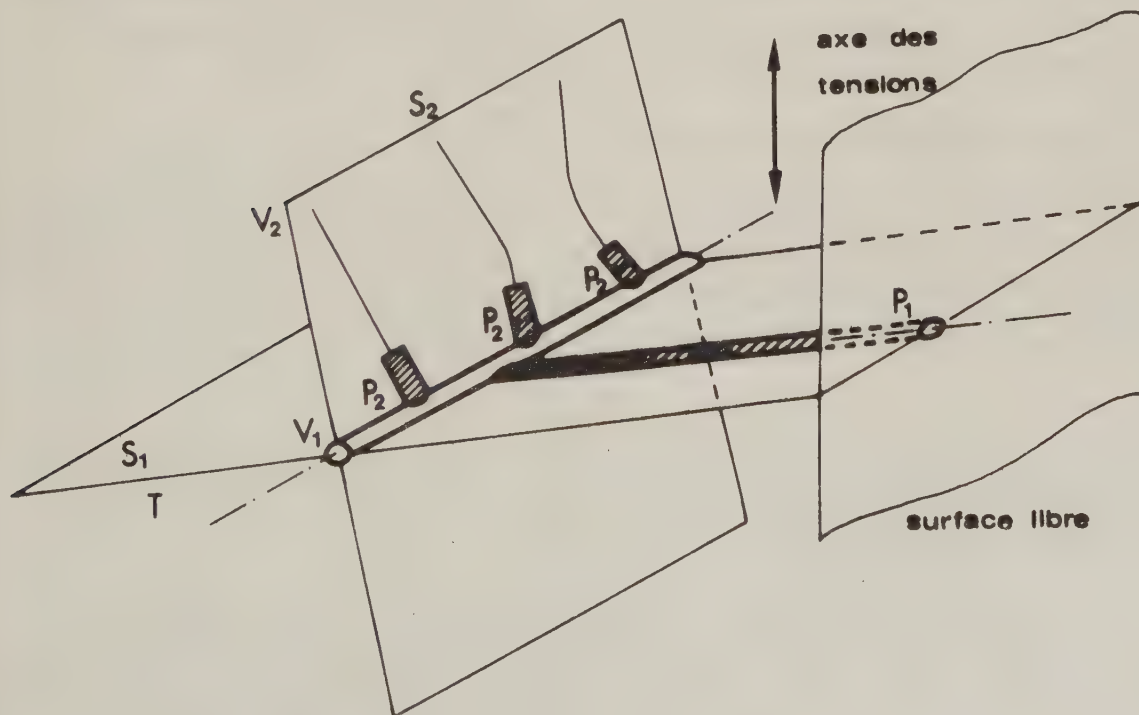


Fig. 76 - Corrosion "tunnel".

S'ils se forment en quantité suffisante, ils se réunissent en paroi et déchirent l'alliage pour former une rainure. Cette rainure donne lieu à de nouvelles concentrations de contraintes, et on obtient la formation d'une nouvelle rangée de V_2 , suivie d'une nouvelle corrosion tunnel, le long des dislocations.

On interprète donc cette fissuration comme une injection alternée d'atomes actifs dans la racine de la fissure, due aux dislocations mobiles, puis de leur élimination électrochimique. On peut admettre, étant donné l'échelle, une progression quasi continue ou en paliers. Ce processus serait modifié par la présence d'une couche d'oxydes. Une couche isolante s'introduirait alors périodiquement lors de l'attaque chimique. Cependant, il est possible que l'étape "corrosion tunnel" puisse se produire entièrement dans cette couche comme l'ont admis THOMAS et ALLIO.

5.2.3 - Relation de la corrosion sous tension et de la microstructure

On a trouvé dans les alliages de cuivre à faible énergie de faute d'empilement qu'une attaque préférentielle apparaît au voisinage des concentrations de ces fautes. Ainsi, puisque la fissuration transgranulaire par corrosion sous tension a lieu dans les alliages à faible énergie de fautes, on a pensé que les défauts d'empilement offraient un chemin préférentiel à la fissuration à travers le grain. Mais, d'autres travaux ont montré que cette fissuration pouvait apparaître dans les alliages qui ne donnent pas facilement naissance à de larges fautes d'empilement. Alors, on a essayé de relier les arrangements de dislocations à la susceptibilité d'un alliage à la corrosion sous tension.

Ces arrangements de dislocations se rangent en deux groupes.

* Arrangements dits "cellulaires" dont les parois des cellules sont formées d'un enchevêtrement de dislocations. Il correspond à ce type d'arrangements une grande facilité de glissement dévié et un grand nombre de plans de glissement. Cette structure est caractéristique du cuivre pur et des Cu Al à moins de 3 % d'Al en poids.

* Arrangements dits "coplanaires" pour lesquels les dislocations sont réparties dans un petit nombre de plans de glissement bien définis, comme dans les Cu Al à plus de 3 % d'Al.

La résistance d'un alliage serait augmentée par l'accroissement de l'aptitude au glissement dévié, qui dépend de l'énergie de faute d'empilement, de la température de déformation, et de l'ordre à courte distance (qui influe sur l'énergie de faute).

Pour les cuproaluminiums, SWANN a trouvé, figure 77, que dans des conditions électrochimiques convenables la fissuration transgranulaire apparaît lors du changement de microstructure, c'est-à-dire au passage du type cellulaire au type planaire.

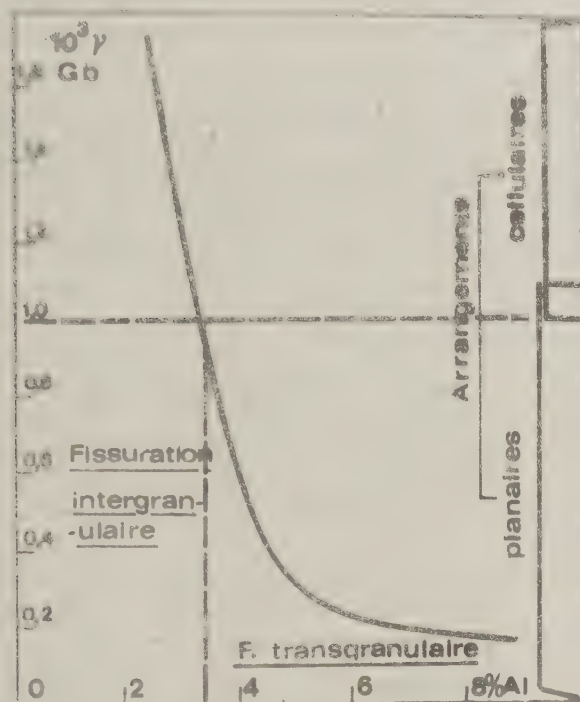


Fig. 77 - Relations entre l'énergie de faute d'empilement, la distribution de dislocations, et le mode de fissuration.

SWANN, en travaillant sur un alliage Cu_3Au , suggère la présence d'un ordre à courte distance, qui influence le type d'arrangements développés dans beaucoup de cas. Un ordre à courte distance retiendrait le glissement en groupes le long de plans de glissement bien définis. L'importance de ces groupes d'arrangements planaires consistant dans la production de sites localisés pour une attaque électrochimique préférentielle.

Dans le cas où les arrangements planaires sont liés à une faible énergie de défaut, les plans de glissement de haute énergie sont évités par rapport à la surface de faible énergie et on peut ainsi avoir nucléation de fissures. Un groupe d'empilement, résultant d'un degré d'ordre à courte distance, est lié à une variation de composition chimique locale, à travers le plan de glissement, et cela se cause à un effet électrochimique. Si un réarrangement assez rapide intervient, le changement de composition s'annule et la tendance à la fissuration est diminuée.

Sur cette figure sont rassemblées les relations entre l'énergie de faute d'empilement, la distribution des dislocations et le mode de fissuration.

Cependant, cette relation microstructure - fissuration n'est pas absolue.

Ainsi, DOUGLASS et Cols ont montré que le nichrome (80 % Ni, 20 % Cr), qui résiste fort bien à la corrosion sous tension, a des arrangements de dislocations planaires, de même que l'Incoloy 800.

On pense que l'amplitude de l'effort appliqué et la température contrôlent le type d'arrangements de dislocations.

THOMAS, STICKLER, ALLIO (1965) donnent un tableau comparatif de la tenue à la corrosion sous tension de divers CFC, en fonction de l'arrangement des dislocations (P. ou C) de l'énergie de défaut d'empilement et du degré d'ordre à courte distance.

Alliage	Arrangement dislocations	Energie de défaut d'em- pilement	degré d'ordre à courte dis- tance	Taux de réarran- gement	Suscepti- bilité à la CST dans MgCl ₂
18 Cr/8 Ni	Planaire	Faible	Faible	Faible	Haute
16 Cr/20 Ni	Cellulaire	Haute	Faible	Faible	Faible
20 Cr/20 Ni	Cellulaire	Haute	Faible	Faible	Faible
20 Cr/20 Ni/0,3 P	Planaire	Haute	Haute	Faible	Haute
20 Cr/30 Ni	Planaire	Haute	Haute	Haute	Faible
20 Cr/40 Ni	Planaire	Haute	Haute	Haute	Faible
Nichrome 80 Ni/20 Cr	Planaire	Faible	Haute	Haute	Faible
Nickel	Cellulaire	Haute	Faible	Faible	Faible

d'après STICKLER- BARNARTT, BARNARTT - STICKLER - VAN ROOYEN, SWANN, DOUGLASS - THOMAS - ROSER.

L'alliage 20 Ni/20 Cr a une haute énergie γ , un faible degré d'ordre à courte distance, et il aura peu tendance à former des arrangements plans : sa susceptibilité est faible.

Par contre, l'addition de 0,3 % de phosphore augmente le degré d'ordre, le glissement se restreint sur un petit nombre de plans de glissement, des arrangements plans se forment : la susceptibilité augmente.

DOUGLASS - THOMAS - ROSER pensent qu'un haut degré d'ordre à courte distance est associé à la formation de groupes plans de dislocation, et donc à une augmentation de la susceptibilité à la fissuration. Ceci est en opposition avec les affirmations de SWANN qui pense que la présence d'un degré d'ordre favorise la susceptibilité seulement si un réarrangement peut avoir lieu, plus rapidement que le désordre créé par la déformation plastique.

5.3 - PRESENTATION DES ESSAIS -

Nous avons fabriqué, pour toutes les nuances élaborées au four à fusion sous vide (cf § 2.2), cinq échantillons en forme de lame, de 30 mm de longueur, de 5 mm de largeur et de 1 mm d'épaisseur. Un seul a été laissé brut de coulée, les quatre autres ont subi un recuit de 2 H à 850°C, suivi d'un refroidissement lent de 30°C/heure. L'échantillon brut de coulée a été poli à l'alumine sur ses deux faces. Les autres ont été polis de la manière suivante :

- * au papier 180 sur les deux faces,
- * ou à l'alumine et au papier 180 sur chacune des faces,
- * ou bien à l'alumine sur les deux faces.

Ces échantillons sont montés sur un bâti de mise en flexion (voir figure 78) réalisé entièrement en Lucoflex. Tous les éléments sont assemblés à l'aide de vis en nylon afin de n'introduire aucune polarisation parasite possible. Le réglage

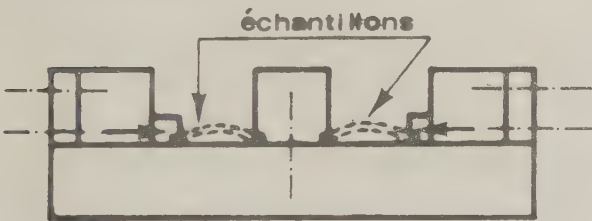


Fig. 78 - Bâti de corrosion.

de la tension est indépendant pour chaque échantillon et réglable au moyen d'un doigt coulissant actionné par une vis en nylon. Chaque bâti est prévu pour vingt échantillons. Nous disposons de quatre plateaux numérotés de 1 à 4. Le tableau ci-dessous donne le numéro du plateau, le traitement de l'échantillon, l'état de surface et son état de flexion.

:	:	:	:	:
:	Plateau	:	flèche	:
:	:	:	Traitement	:
:	:	:	:	:
:	1	:	2 mm	:
:	:	:	Recuit	:
:	:	:	:	:
:	2	:	2 mm	:
:	:	:	Recuit	:
:	:	:	:	:
:	3	:	2 mm	:
:	:	:	Brut de coulée	:
:	:	:	:	:
:	4	:	5 mm	:
:	:	:	Recuit	:
:	:	:	:	:

Nous avons disposé, en outre, une cinquième série (n°5), sans état de flexion, à l'état recuit, poli à l'alumine sur une face et au papier 180 sur l'autre.

Tous les échantillons ont été immergés en mer pendant 3 mois (août, septembre, octobre 1971), à une température voisine de 13°C. Chacun avait été au préalable pesé avec le plus grand soin, afin de déterminer la perte de poids (exprimée en % et non en mg/surface [L. MOREAU]).

Nous avons procédé sur la série n°5 (sans contrainte) à une évaluation à la microsonde de Castaing des principaux constituants des produits de corrosion fermés, et pour les séries n°1 et n°5, à la détermination des variations de ces constituants, en fonction de la profondeur de pénétration.

Nous avons, en outre, effectué une analyse qualitative au moyen de photographies électroniques réalisées à la microsonde, des zones de fissures.

Nous avons également construit une machine de corrosion en atmosphère ammoniacale, dans laquelle les échantillons sont placés à l'état de traction pure.

Elle nous a servi à constater l'existence des deux modes de fissuration transgranulaire et intergranulaire dans des Cu Al à 3 et 5 % en poids en Aluminium, recuits à 800°C.

5.4. RESULTATS

5.4.1 - Examen visuel des échantillons corrodés en mer

La première impression qui se dégage lors de l'examen rapide de l'état de ces échantillons, immergés en mer seulement trois mois, est celle de l'importance des produits de corrosion qui se sont formés à leur surface. Seuls, et on s'y attendait, les nuances ternaires comportant du nickel semblent à ce point de vue, s'être beaucoup mieux comportés. On peut remarquer également, (on le savait aussi), que la face en traction est beaucoup plus atteinte que la face en compression qui ne comporte en général que quelques attaques localisées.

Une observation plus minutieuse, nous montre que sur la face en extension des nuances binaires, il existe une couche d'oxyde de couleur bleu-vert très importante pour les faibles teneurs en aluminium. Cette couche a tendance à diminuer avec l'augmentation du pourcentage d'aluminium jusqu'à 9 %. A partir de cette teneur, elle devient verdâtre et plus localisée, excepté pour l'échantillon brut de coulée qui présente encore une attaque généralisée doublée de la présence d'une piqûre. Les nuances à 12 et 14 % d'Aluminium ont pour caractéristique une grande dureté alliée à une grande fragilité. Aussi, il nous a été impossible, dans la plupart des cas de le mettre en flexion. Ces échantillons présentent une corrosion généralisée, leur surface prend une teinte presque noire.

Sur la face interne, le plus souvent peu attaquée, la corrosion se fait sous forme de taches verdâtres localisées, de faible intensité. Seuls les alliages à 1 et 2 % d'Al ont une face en compression d'un vert uniforme, mais la couche est alors très mince.

Les nuances ternaires au fer à 1 et 2 % d'addition en poids, ont un aspect semblable aux binaires à quelques % d'Aluminium. Mais les nuances à 4 % de fer, ont une tout autre teinte. Leur couleur est celle bien connue de la rouille : brun roux. La face interne présente également pour cette teneur une attaque généralisée brunâtre mais moins importante. On relève la présence de piqures dans l'échantillon du plateau N° 4, qui est celui soumis au plus grand effort.

Les nuances ternaires au Manganèse ont une couche uniforme verdâtre sur leur face en traction. L'augmentation du pourcentage de manganèse n'a visiblement pas d'influence. La face en compression ne présente que quelques attaques préférentielles. Nous relevons également la présence de piqures pour un échantillon à 2 % de Mn poli au papier 180 (N°1)

Enfin les nuances ternaires au Nickel résistent comme on s'en doutait, beaucoup mieux. La couche verdâtre est beaucoup moins importante pour une addition de 1 % de Nickel seulement. Elle s'élimine complètement avec une nouvelle augmentation et devient de plus en plus jaune. La face interne est brune, et s'éclaircit avec l'augmentation du Nickel.

Malheureusement, il semble qu'une addition importante de Nickel a tendance à faire apparaître des piqures. En effet, dans les nuances à 3 et 5 % des plateaux N° 3 et 5, nous avons relevé la présence de piqures. Nous présentons quelques photographies dans le cas d'un UA6 Ni5 (voir photo 99 - 100) .

5.4.2 - Etude de la perte de poids

Avant d'exposer ces résultats, il est nécessaire de préciser que ce type d'examen n'est pas caractéristique de la corrosion sous tension. On ne se sert, en général, de la perte de poids que pour étudier une corrosion généralisée.

Les résultats que nous présentons sont donc en grande partie dus à une corrosion généralisée, accélérée plus ou moins par la tension.

Cependant, nous remarquerons que l'état de flexion de nos échantillons influe légèrement sur la perte de poids.

Celle-ci a porté sur les échantillons des plateaux N° 2,3 et 4, soit :

- sur le plateau n° 2, soumis à une flèche de 2mm, à l'état recuit, et polis à l'alumine, sur les deux faces
- sur le plateau n°3, soumis à une flèche de 2mm, brut de coulée, et polis à l'alumine sur leurs deux faces
- sur le plateau n°4, soumis à une flèche de 5mm, à l'état recuit, polis à l'alumine sur leurs deux faces.

Ceci nous a permis d'établir une comparaison entre deux états de contrainte, et, pour une même flèche d'étudier l'effet d'un traitement de recuit. Les résultats obtenus sont portés sur les fig. (79) à (84).

Les pertes de poids sont exprimés en % du poids initial de l'échantillon.

5.4.2.1 - Influence de l'état de contrainte

Les alliages binaires soumis à une flèche de 2mm, présentent une décroissance de la perte de poids jusqu'à une teneur de 4 % d'Aluminium, suivie d'une augmentation dont le maximum se situe à 8 % d'Al, puis enfin d'une décroissance au-delà.

Une flèche supérieure, donc un état de contrainte plus important augmente la perte de poids pour tous les alliages, hormis pour ceux de teneur 6, 8 et 12 % d'Al. Nous supposons cependant une erreur pour le 8 % qui donne un pic très élevé. L'influence de la tension apparaît importante, provoquant une augmentation quasi générale (aux erreurs près) de la perte de poids.

Cette influence est encore très nette dans les alliages ternaires, pour les additions de fer et celles plus importantes de Nickel (5 %). Elle n'a, semble-t-il aucune répercussion sur les ternaires au Manganèse pour lesquels les points obtenus sont presque confondus.

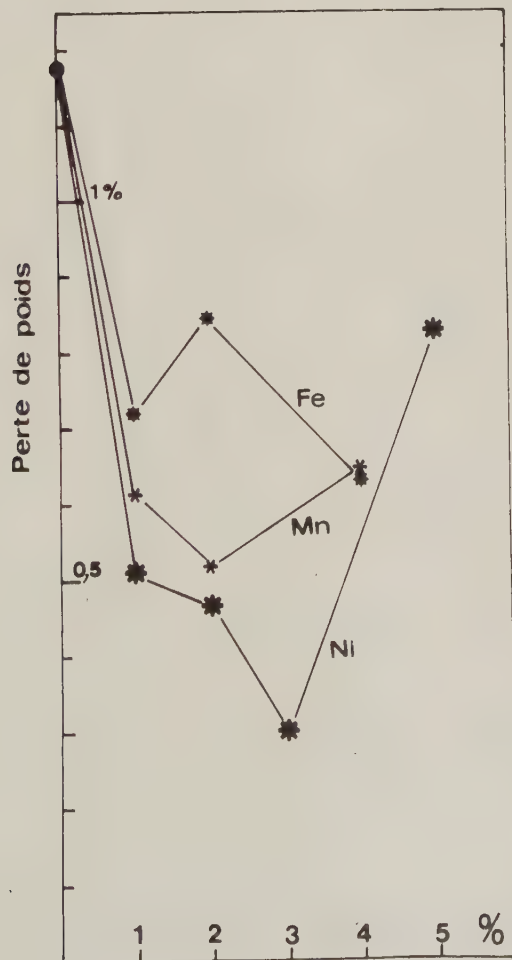
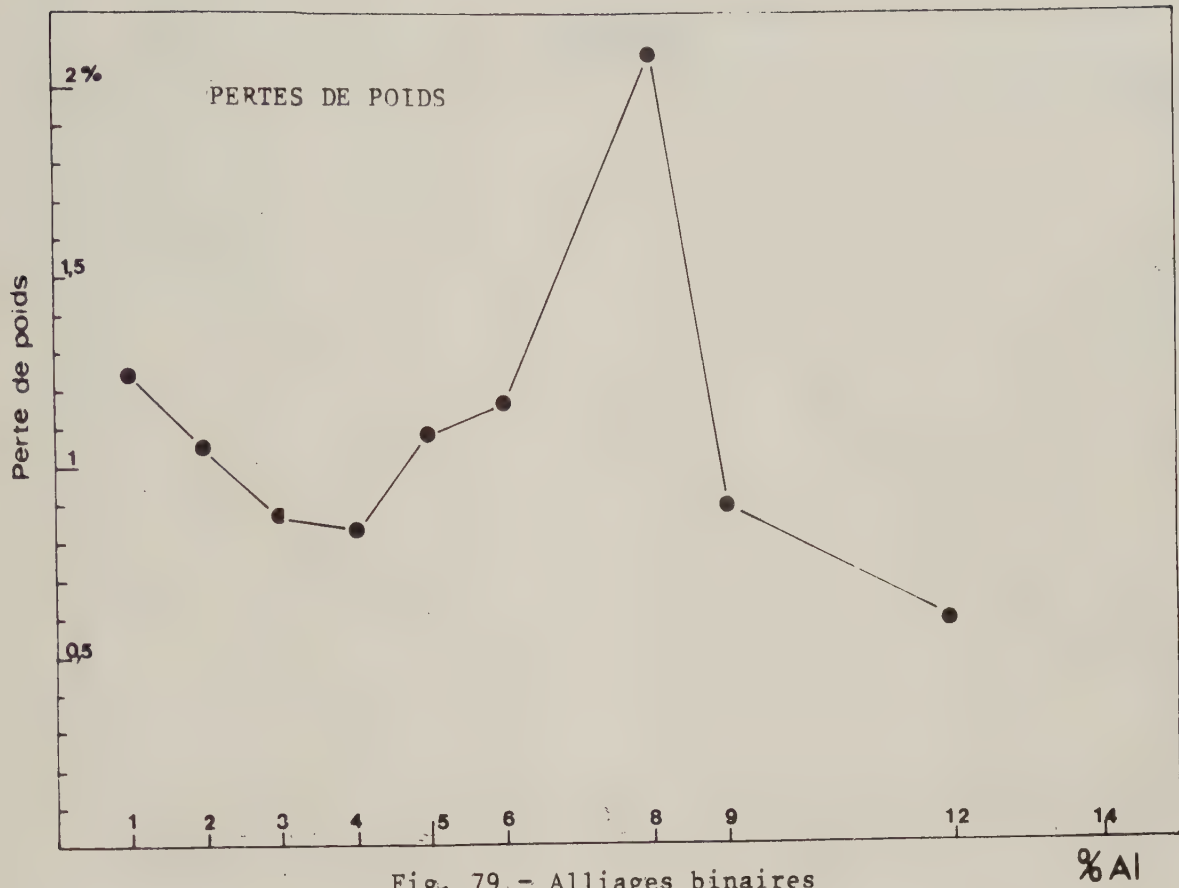
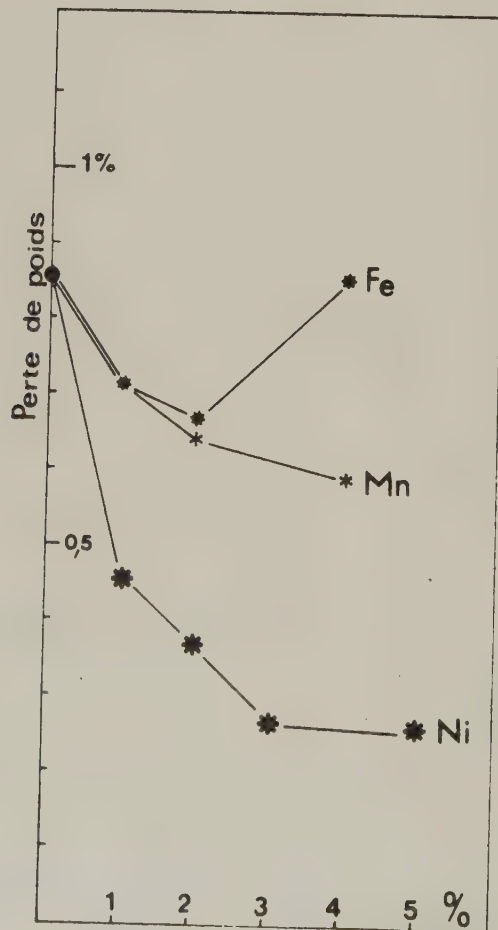
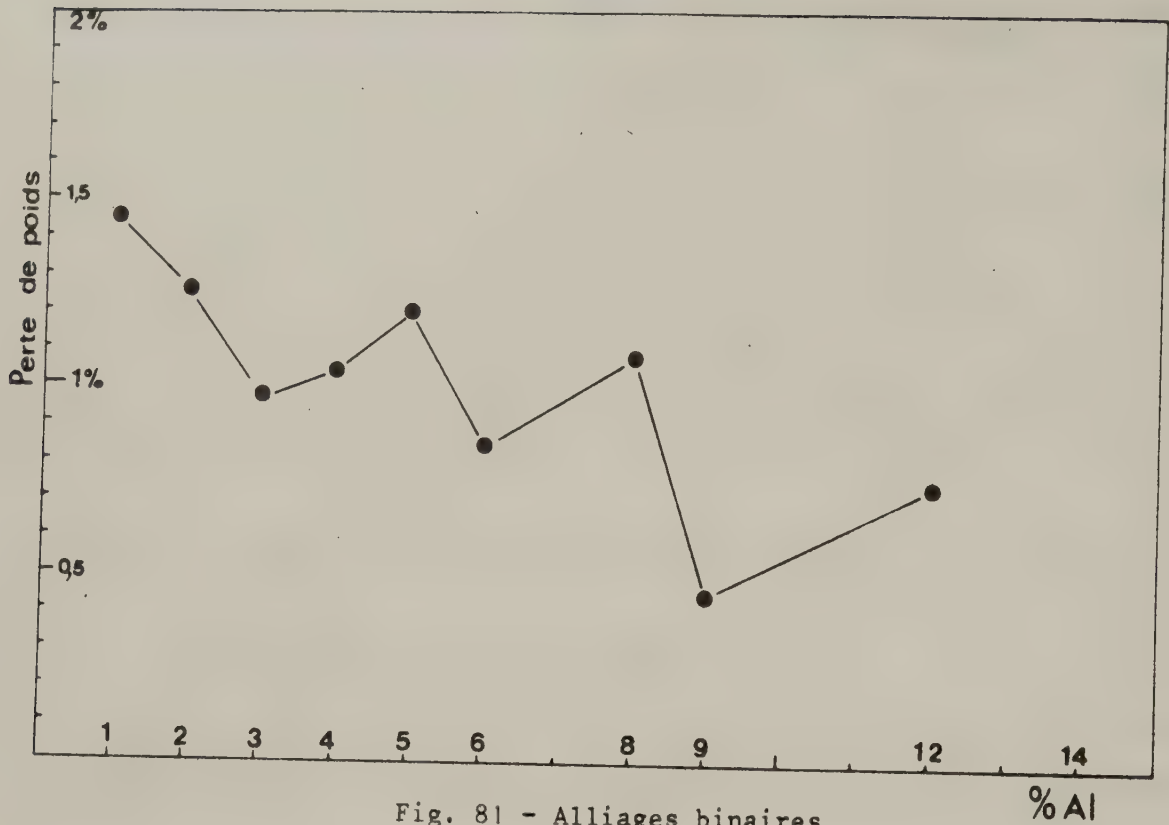


Fig.80 - Alliages ternaires

PERTES DE POIDS



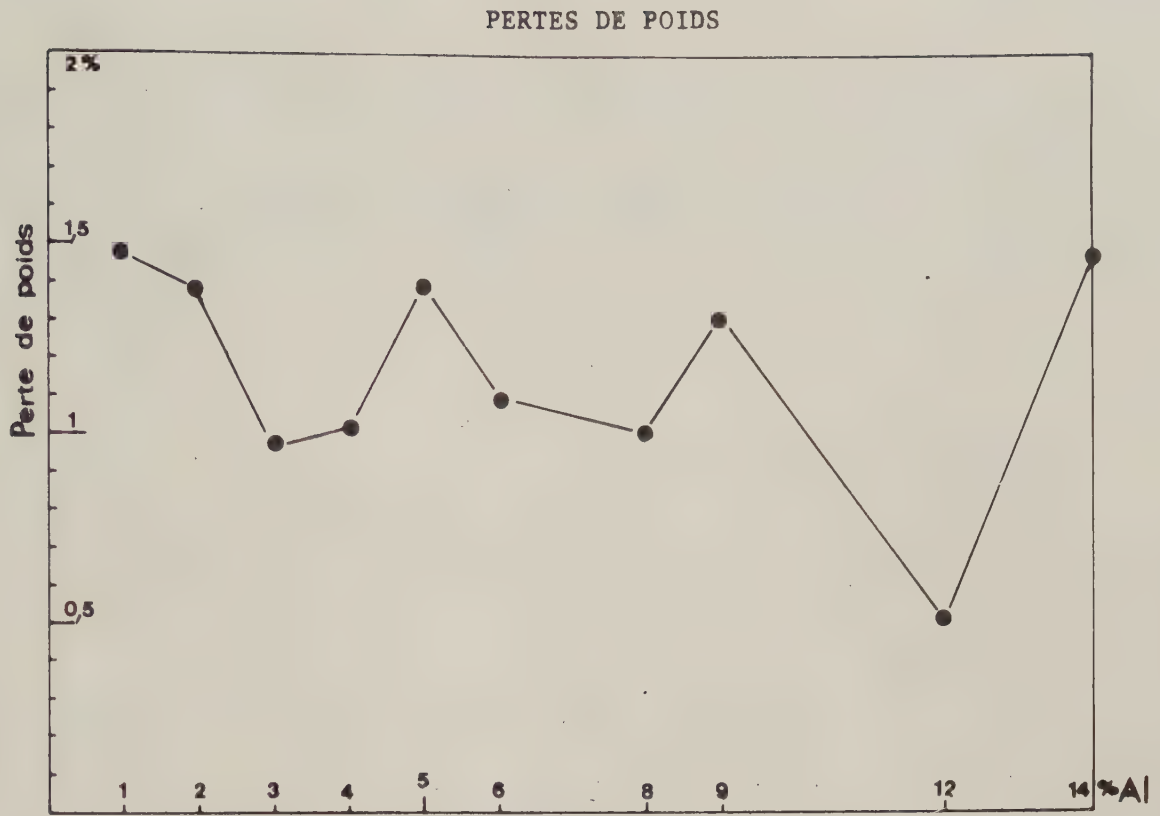


Fig. 83 - Alliages binaires

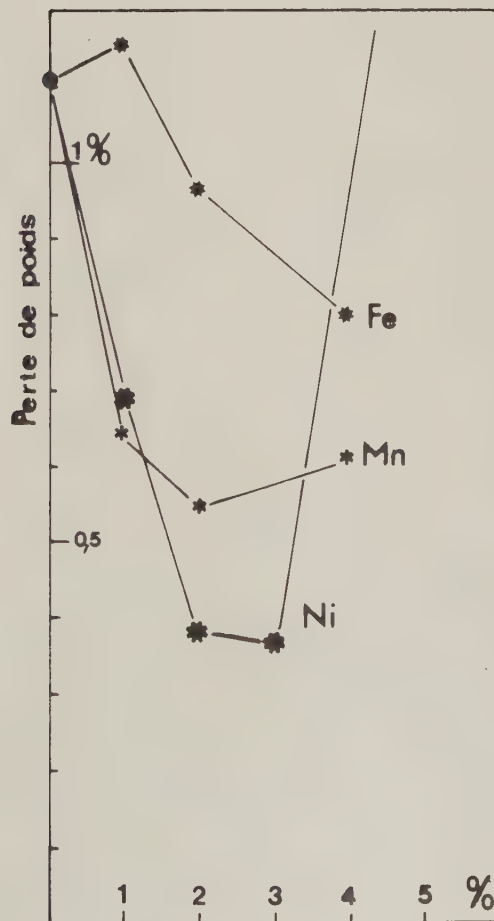


Fig.84 - Alliages ternaires

Plateau n°4

Mais ce qui est le plus caractéristique est le bénéfice de l'addition d'un troisième élément quelqu'il soit, vis-à-vis de la tenue de l'alliage à la corrosion sous tension. Il est net que le nickel (jusqu'à 3 %) apporte les meilleurs résultats avec une réduction de près de 75 % de la perte de poids. Viennent ensuite, dans l'ordre, le manganèse qui provoque une réduction de 50 %, puis plus loin, le fer, pour lequel on peut espérer une réduction de l'ordre de 30 %.

5.4.2.2 - Influence d'un recuit

Sur les alliages binaires, un recuit apporte une nette amélioration de la perte de poids (entre 10 et 20 %) pour les teneurs d'aluminium inférieures à 6 %. A partir de ce pourcentage, elle est beaucoup plus grande pour un échantillon recuit (le 12 % excepté).

On retrouve encore l'influence du nickel qui est l'élément qui apporte les meilleurs résultats vis-à-vis de la tenue de l'alliage. Notons que l'addition de 5 % de nickel ne provoque plus d'augmentation de la perte de poids dans le cas de l'échantillon brut de coulée.

Le manganèse et le fer, pour de faibles additions, n'ont plus qu'une faible influence (Pour 4 % de fer, la perte de poids est la même que pour un UA6).

* En résumé, pour des teneurs d'aluminium supérieures à 6 % dans les alliages binaires, un recuit à haute température n'est pas nécessaire. D'autre part, cette étude confirme l'influence "bénéfique" d'une addition de nickel, dont nous déconseillons cependant l'emploi à des teneurs supérieures à 3 ou 4 % lorsque le métal doit supporter de fortes contraintes. Le manganèse et le fer peuvent également être utilisés, mais à des concentrations inférieures à 2 % en poids.

5.4.3 - Analyse de la couche des produits de corrosion

Nous avons reporté sur la figure 85 les teneurs des constituants des produits de corrosion formés à la surface des alliages binaires soumis à aucun effort.

Chaque point est bien sûr le résultat, corrigé à l'ordinateur, de la moyenne de nombreuses déterminations ponctuelles ($1\mu^3$). Ces constituants sont essentiellement le cuivre, l'aluminium et le chlore. L'oxygène n'a pas été dosé, car nous pensons qu'il constitue en grande partie le complément, et le sodium n'a été décelé qu'à l'état de traces.

.Binaires.

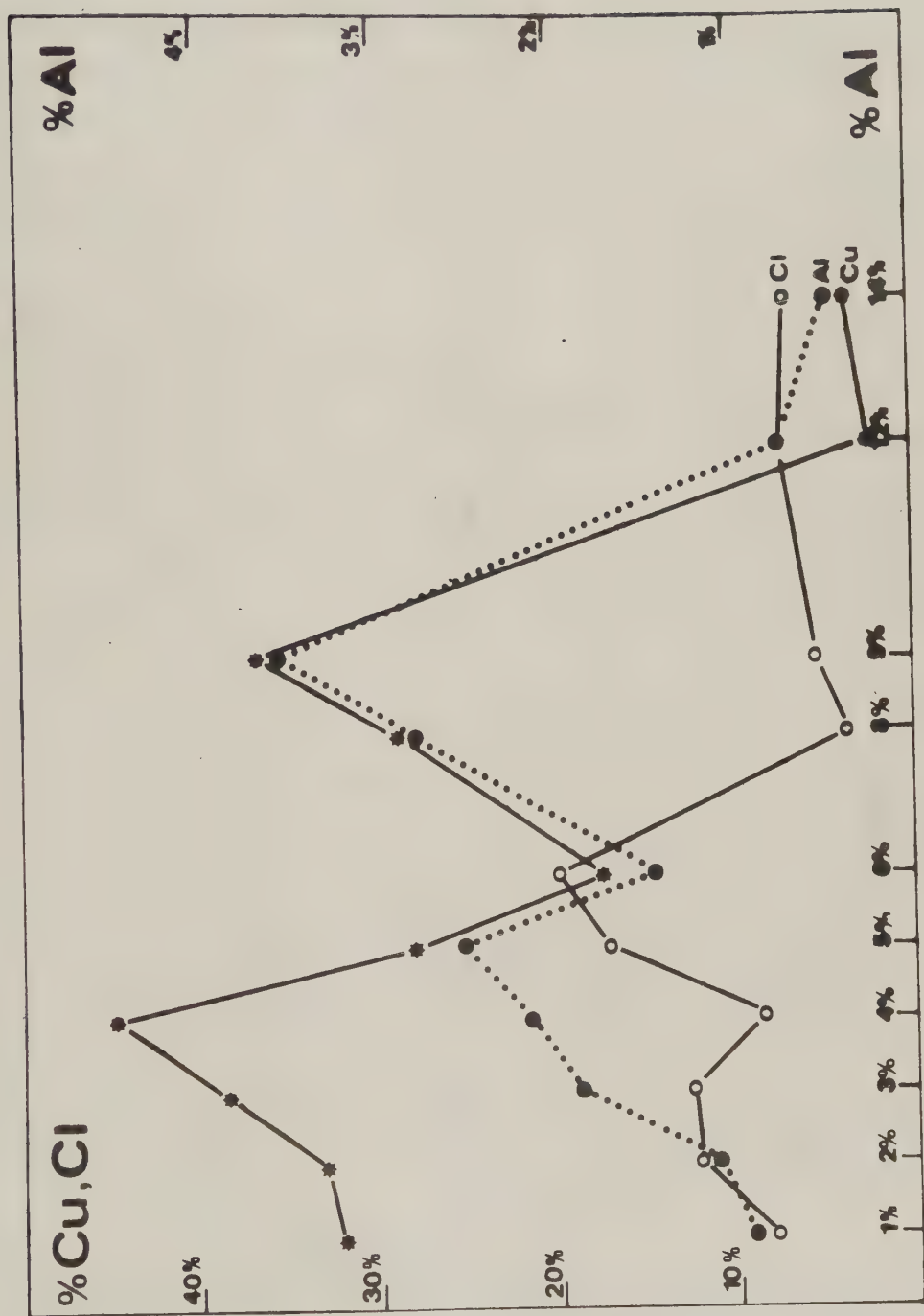


Fig. 85 .Produits de corrosion.

.Ternaires.

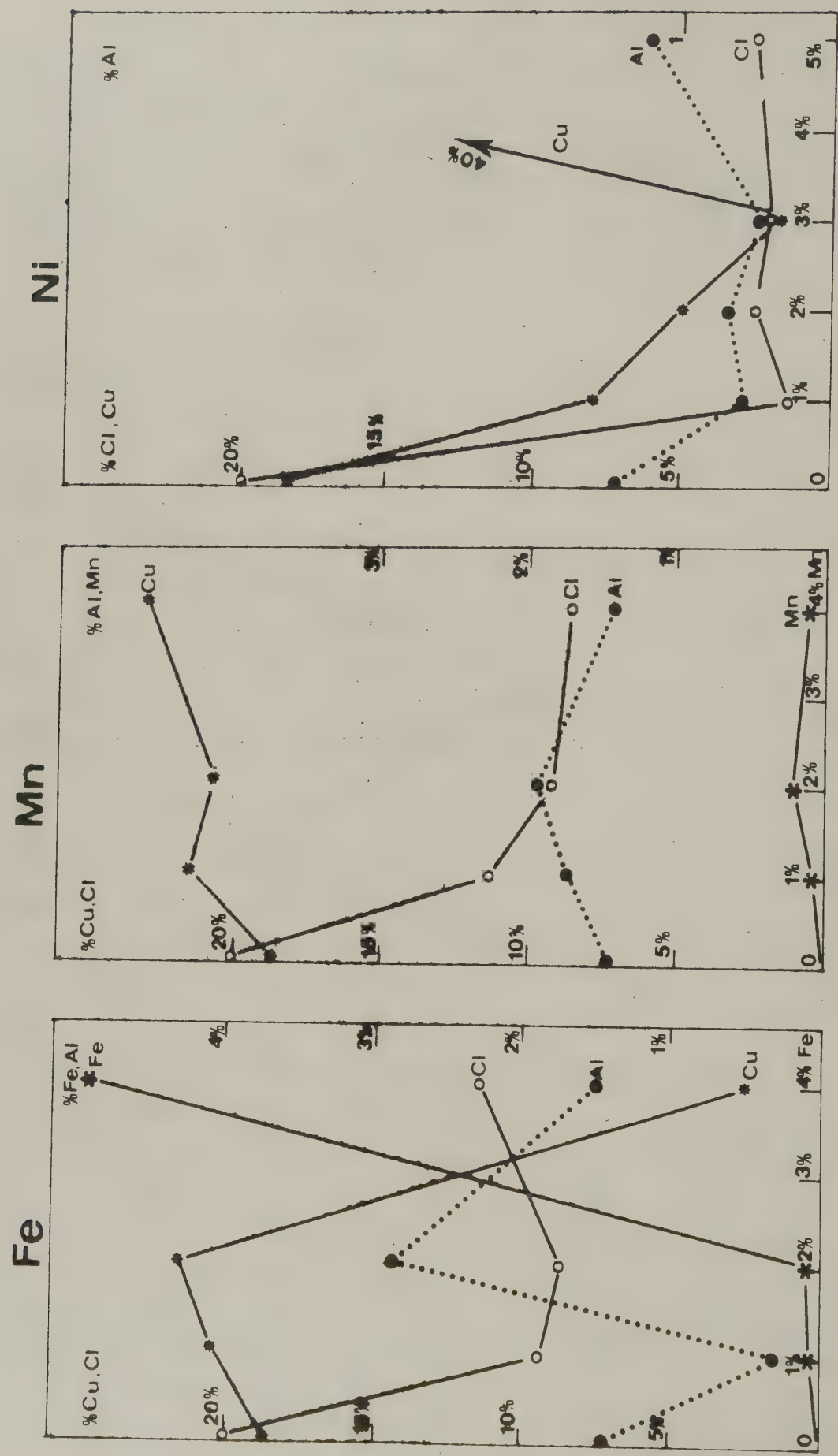


Fig. 86 .Produits de corrosion.

La teneur de chlore passe de 8 à 20 % quand l'aluminium croît de 1 à 6 %. Au delà, et à partir de 8 % d'Al, il se trouve en quantité plus faible, comprise entre 4 et 7 %. Nous avons obtenu des courbes d'allure identique pour le cuivre et l'aluminium, passant par deux maximum et un minimum pour 6 % d'Al. On retrouve encore, comme sur les courbes de perte de poids, la même anomalie pour 6 % d'Al, correspondant à un maximum de teneur de chlore.

Notons, en outre, que les indications fournies pour les alliages à 12 et 14 % d'Al sont incertaines, du fait de la petite quantité de produits de corrosion formée.

La figure 66 donne les mêmes analyses pour les nuances ternaires au fer, au manganèse et au nickel.

Nous remarquons un phénomène général de diminution de l'importance du chlore avec l'augmentation de l'addition de l'élément. Cependant, si pour le fer et le manganèse les valeurs obtenues sont de même importance, les alliages au nickel ne présentent plus qu'une faible quantité de chlore et ce, dès l'addition de 1 % de nickel. Ceci montre une nouvelle fois l'influence de cet élément sur la tenue à la corrosion.

Les variations d'aluminium enregistrées ne portent que sur quelques pourcents, et nous ne pouvons en conséquence rien en déduire.

Le cuivre se trouve en quantité un peu supérieure à 20 % pour toutes les nuances au manganèse. Le phénomène est identique pour les additions de fer jusqu'à 2 %. Au delà, pour 4 %, les résultats enregistrés confirment l'observation visuelle. Nous avons un appauvrissement très net du cuivre (2 %) qui coïncide avec un enrichissement de la surface en fer, pour former cette couche bien connue de couleur brune, la rouille.

Dans les alliages au nickel, une diminution progressive du cuivre jusqu'à 2 % pour une teneur de 3 % de nickel est suivie d'une augmentation brutale pour 5 % de nickel (40 % de cuivre).

Enfin, nous avons constaté que les éléments d'addition ne se retrouvent dans ces produits de surface qu'à des teneurs très faibles, mis à part (comme nous l'avons remarqué) pour l'alliage UA6 Fe 4.

5.4.4 - Analyse de la teneur des constituants en fonction de la pénétration

Après l'étude quantitative des produits de corrosion formés en surface, nous analysons, toujours à la microsonde, leurs variations en fonction de la pénétration.

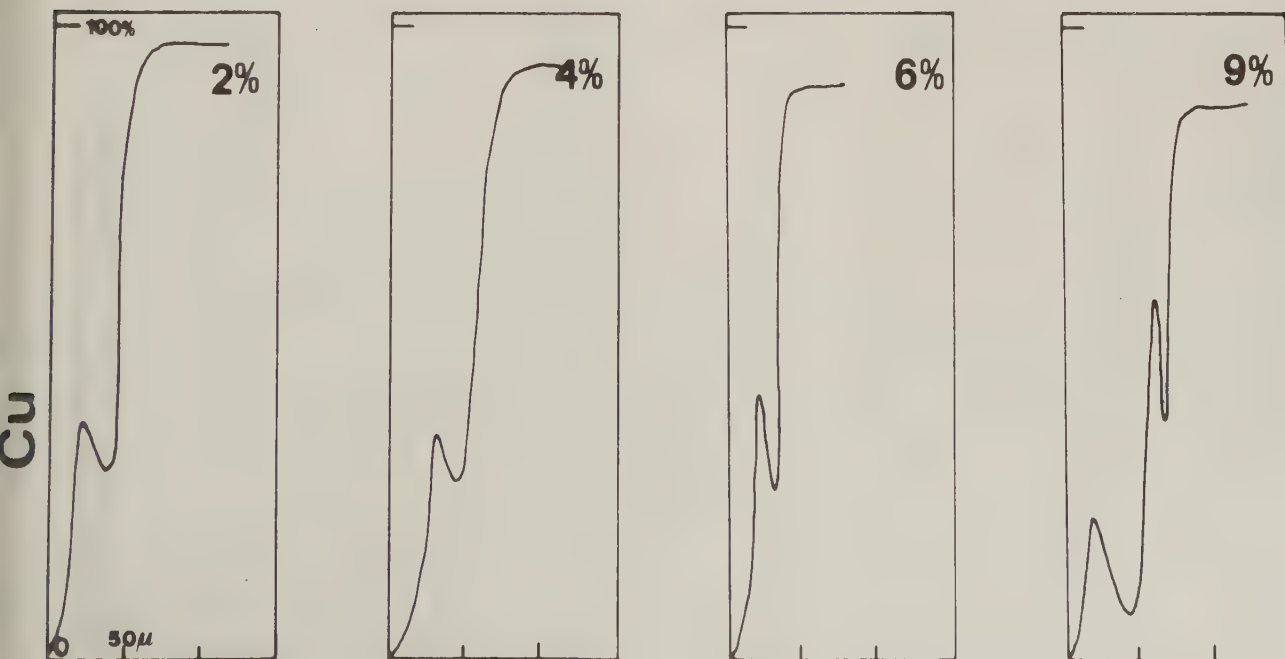
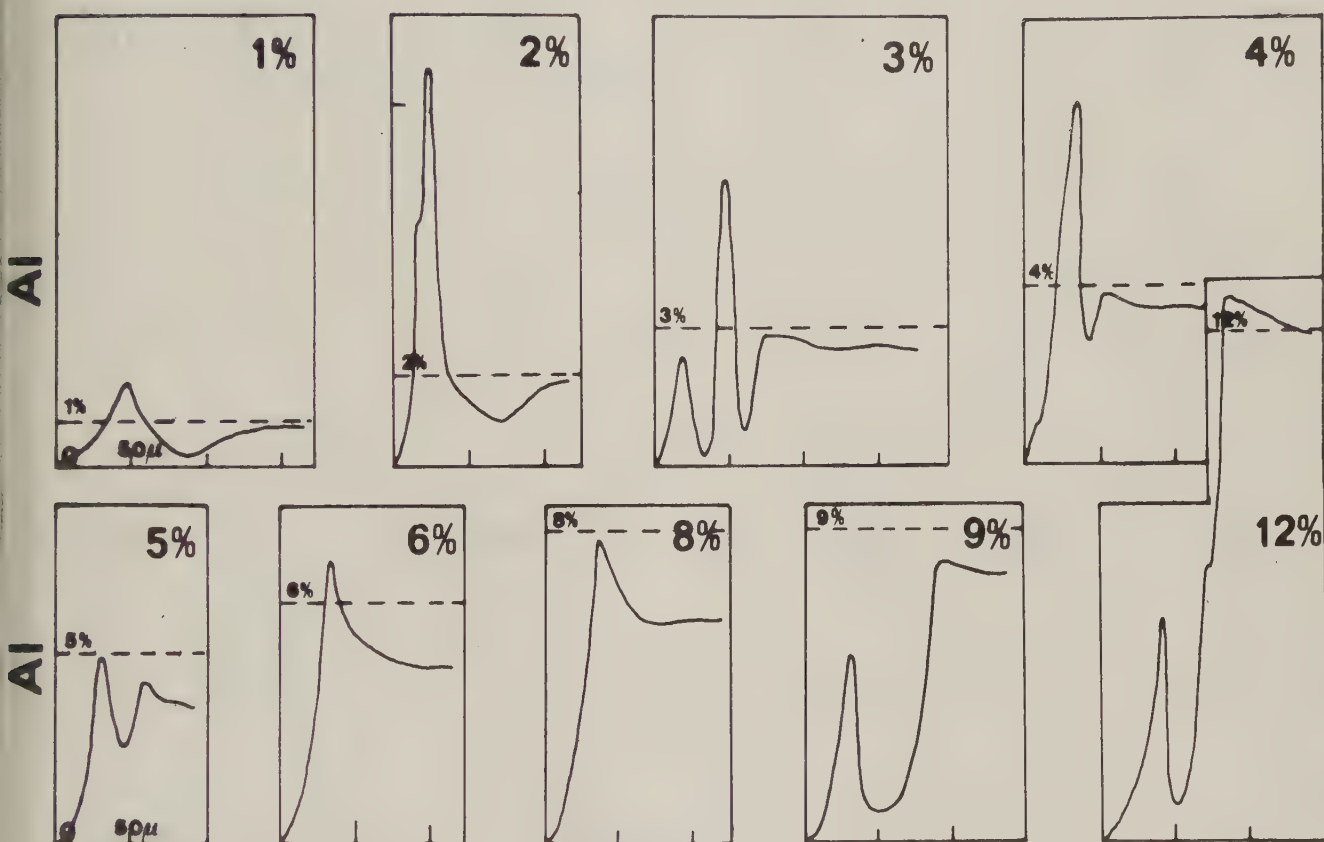
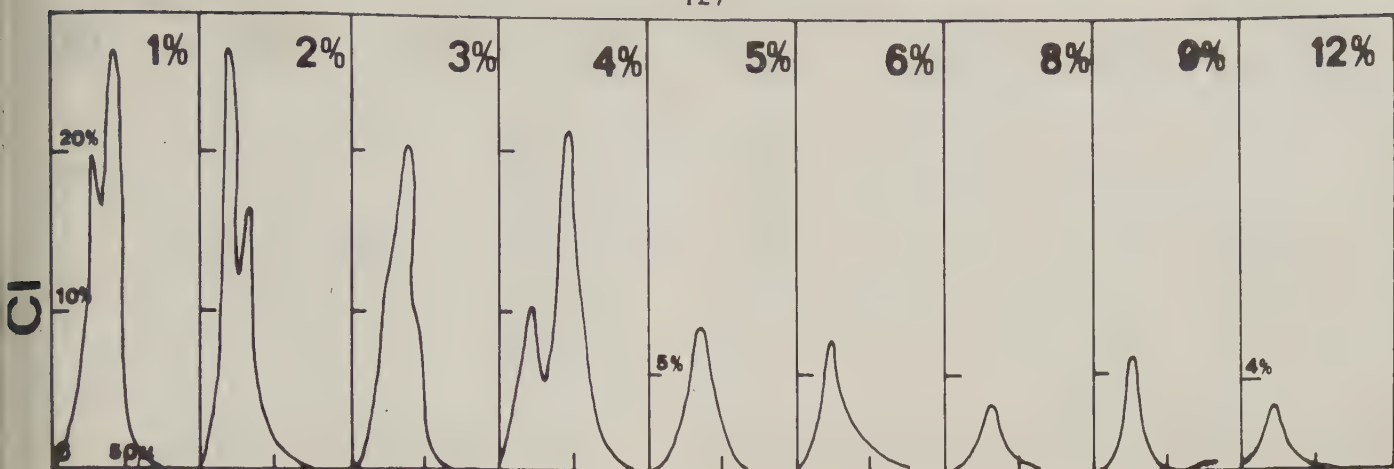
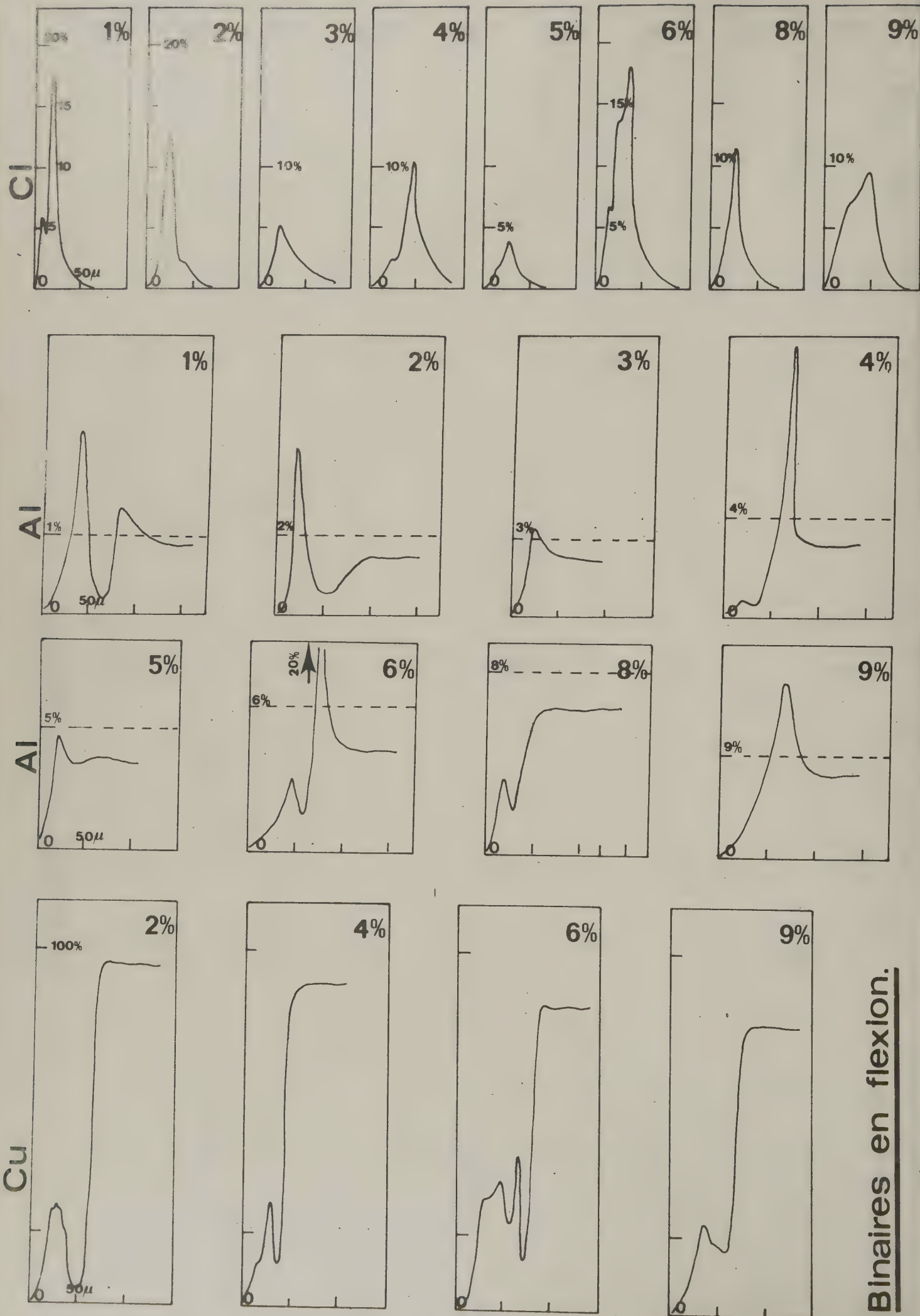
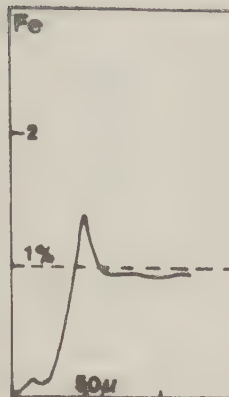
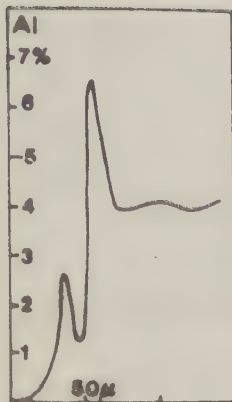


Fig.87 .Binaires sans effort.

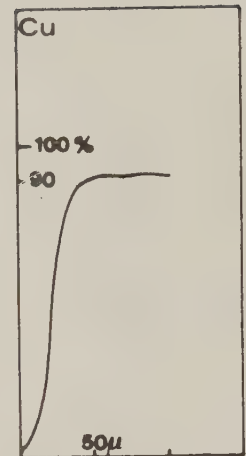
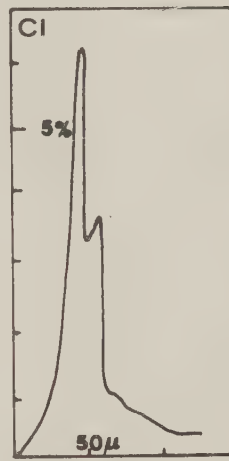
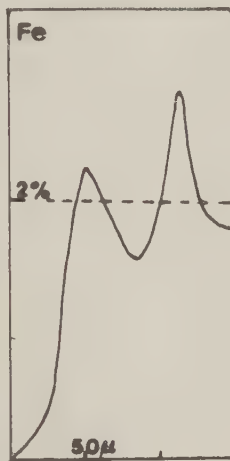
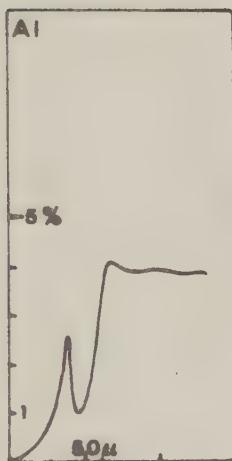


Binares en flexion.

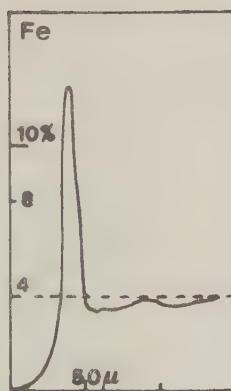
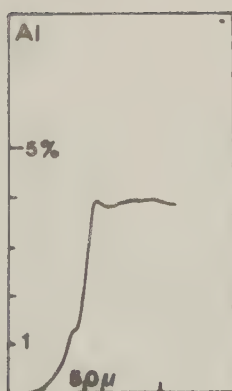
Fe 1



Fe 2



Fe 4



.Ternaires au Fer

sans effort.

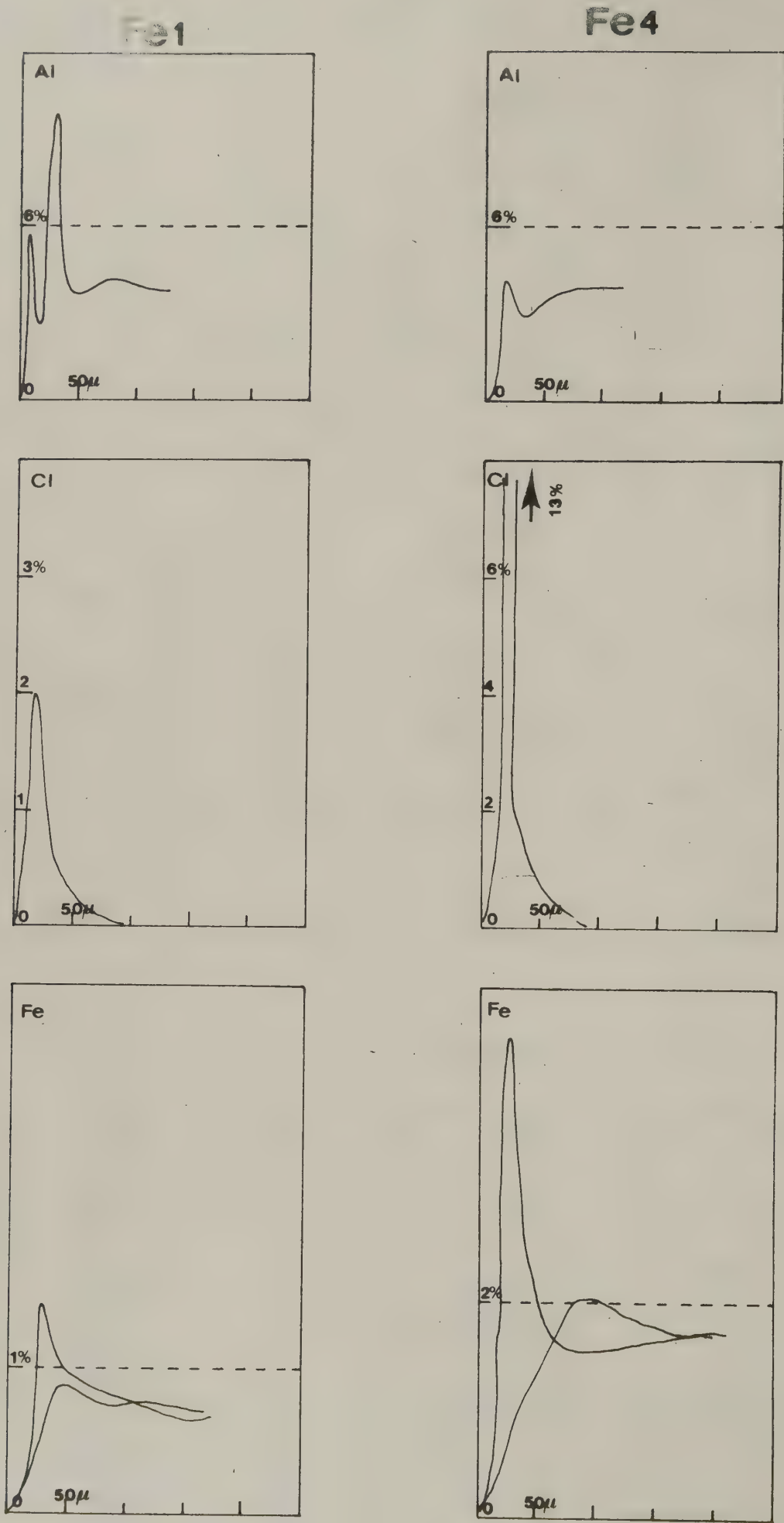
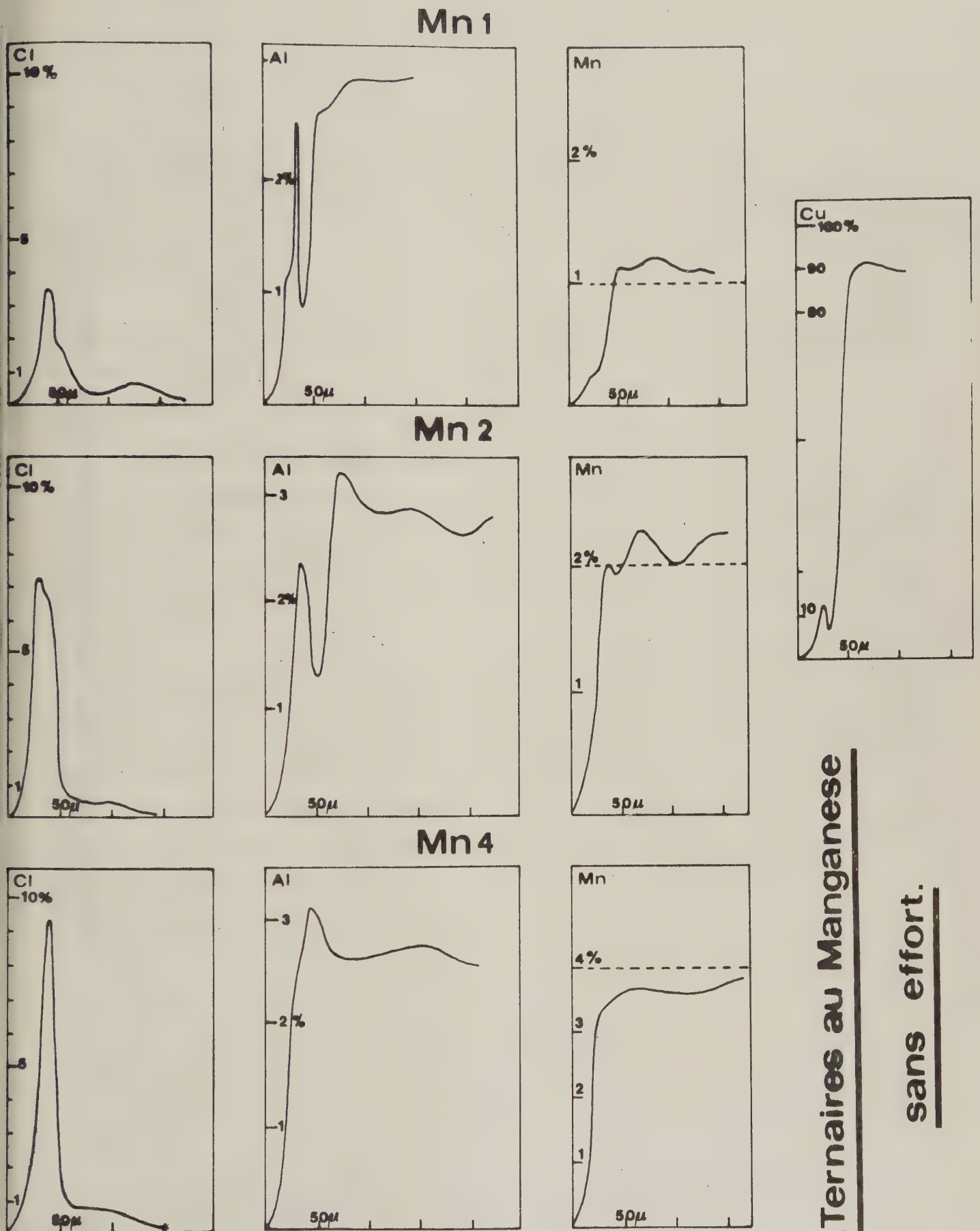


Fig. 90 .Ternaires au Fer en flexion.



Ternaires au Manganese

sans effort.

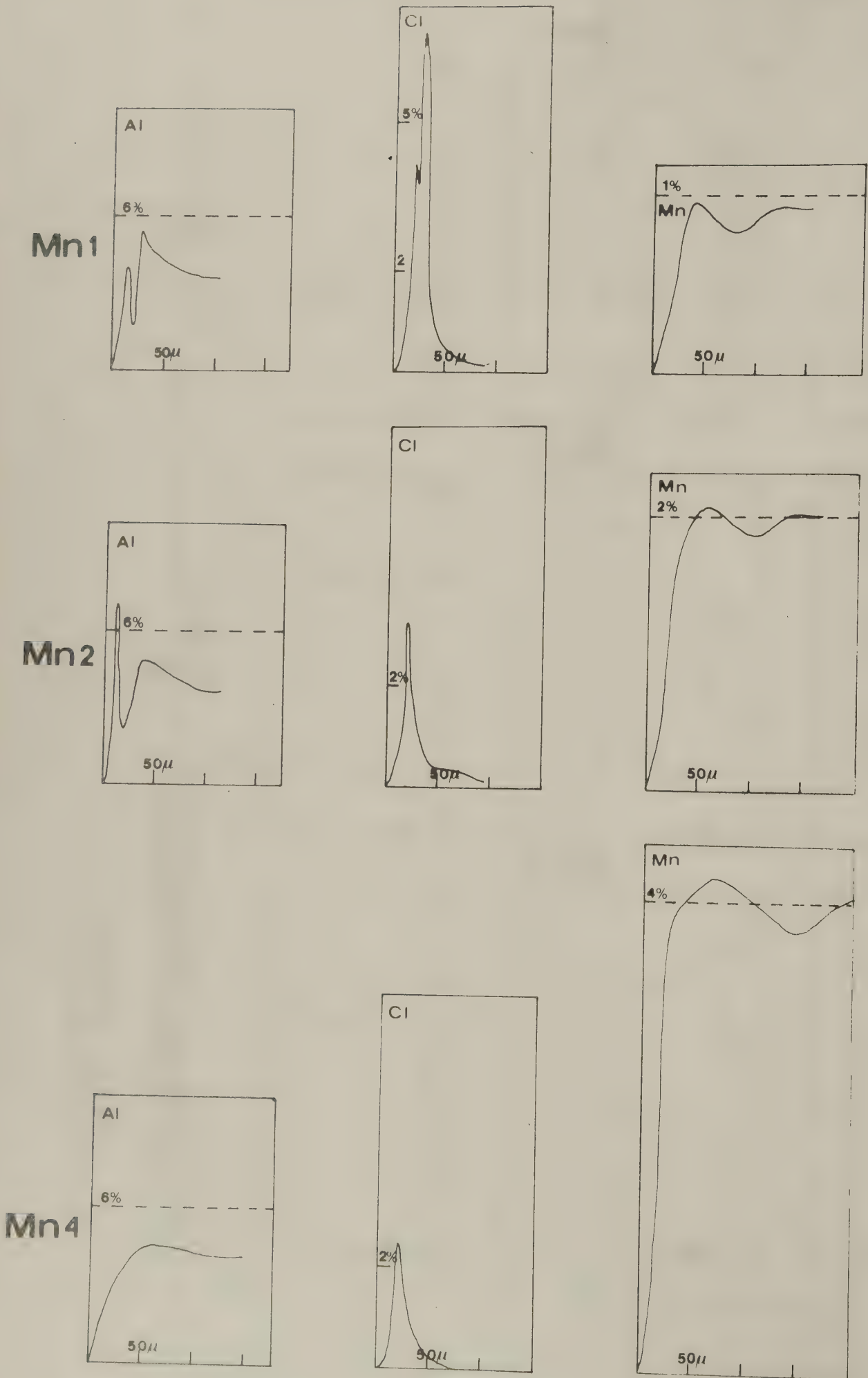


Fig. 92. Ternaires au Manganese en flexion.

Ternaires au nickel

On remarque une zone à forte teneur en chlore, dont l'importance croît avec l'augmentation du nickel dans les nuances qui ne sont soumises à aucun effort. Elle a tendance à décroître au contraire dans celles mises en flexion. Elle atteint une valeur supérieure à 20 % dans les alliages UA6 Ni 3 et Ni 5. La désaluminisation est identique pour les deux séries.

Comme dans le cas des ternaires au manganèse, on retrouve rapidement la teneur réelle du nickel. On remarquera simplement pour le UA6 Ni 5 mis en flexion un pic de nickel à 8 %, à 50 μ de la surface.

5.4.5 - Examen de zones fissurées

Nous avons examiné à la Microsonde et au Microscope optique des zones fissurées dans un échantillon à 5 % de nickel, corrodé en atmosphère marine, et quelques alliages binaires, mis en traction en atmosphère ammoniacale après un séjour de 1000 heures. Ceci nous a permis de vérifier l'existence des deux modes de fissuration.

L'étude à la Microsonde de Castaing a été faite à partir des photographies réalisées pour les rayonnements $K\alpha$ du cuivre, de l'aluminium et du nickel. Le chlore, qui est un élément léger, n'a pas été observé, car chaque photographie aurait nécessité un temps de pose d'une heure.

Nous donnons, planches 29 et 30, des exemples de fissures observées. Celle de la planche 29 est vraisemblablement de type intergranulaire et celles de la planche 30 sont transgranulaires. Nous avons observé, en général, une légère concentration de l'aluminium sur les parois des fissures et en surface, qu'il s'agisse de joint de grain lorsque la fissure est intergranulaire ou sur les traces des plans de glissement si elle est transgranulaire (pl. 30). Avec l'aluminium, qui a donc tendance à se concentrer en surface des zones attaquées, nous avons également constaté quelques accumulations de nickel, qui ne sont jamais situées aux mêmes endroits que l'aluminium. Les photographies de cuivre ne font apparaître aucune concentration mais une discontinuité dans les zones fissurées.

Notons, à propos de ceci, que ce genre d'étude par photographie est très intéressante dans les alliages polyphasés car elle permet de rendre compte de la susceptibilité de certaines phases métastables par exemple.

Les photographies (101 à 106) montrent les chemins de fissuration observés dans un UA3 et un UA5, mis en traction en atmosphère ammoniacale pendant 1000 heures, à la température ambiante. Les échantillons ont été préalablement recuits à 800°C pendant deux heures, et polis à l'alumine.

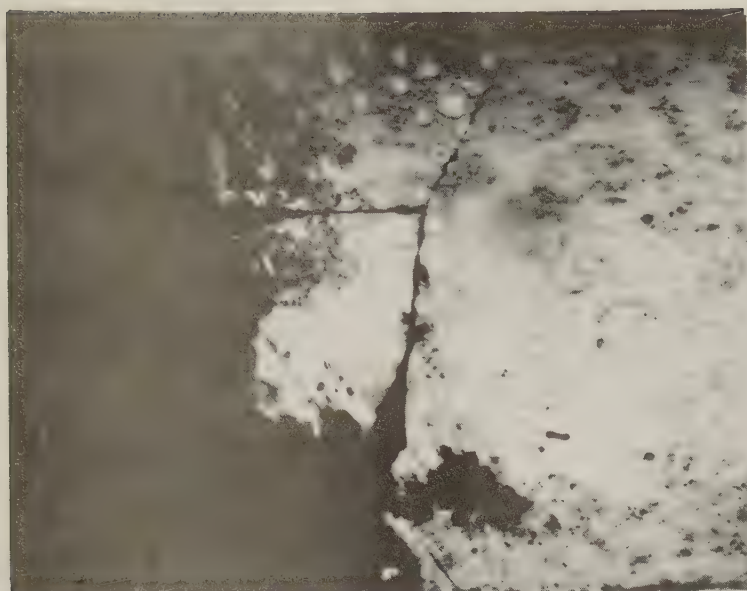
Les photos (105 et 106) sont relatives à un UA3. Elles montrent une attaque généralisée en surface et préférentielle aux joints de grains, et le début d'une fissure intergranulaire.

Les photographies (101 à 104) sont celles de l'UA5. Elles montrent des naissances de fissures intergranulaires (I), transgranulaires (T) et suivant un joint de macle (M).

Les clichés (103 et 104) indiquent clairement qu'une fissure peut changer de mode. On remarquera sur la photographie (103) l'attaque sélective aux traces des plans de glissement.

Les examens au microscope électronique ont souvent révélé une fissuration suivant des directions cristallographiques bien définies (photos 107 et 108). Bien qu'il ne s'agisse que de microfissures dues à la superposition de tension interne et d'une attaque électrochimique, ils montrent l'importance des traces des plans de glissement en surface dans la nucléation des fissures par corrosion sous tension (KARASHIMA-OIKAWA-OGURA).

PLANCHE 29



UA6 Ni 5

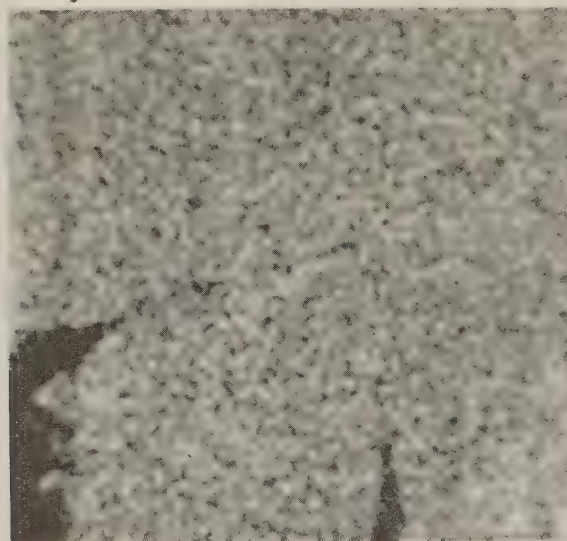
Photo 99

g : 740

Cu



Al



Ni

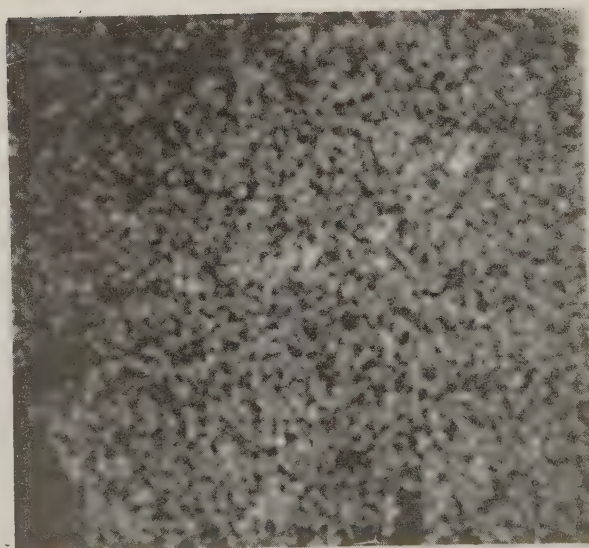


PLANCHE 30

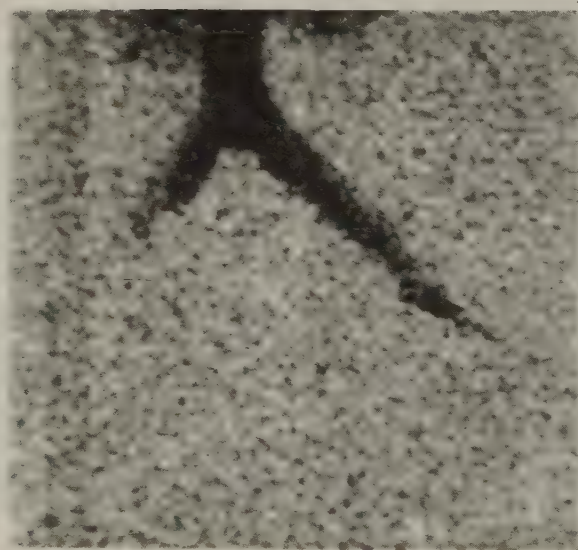
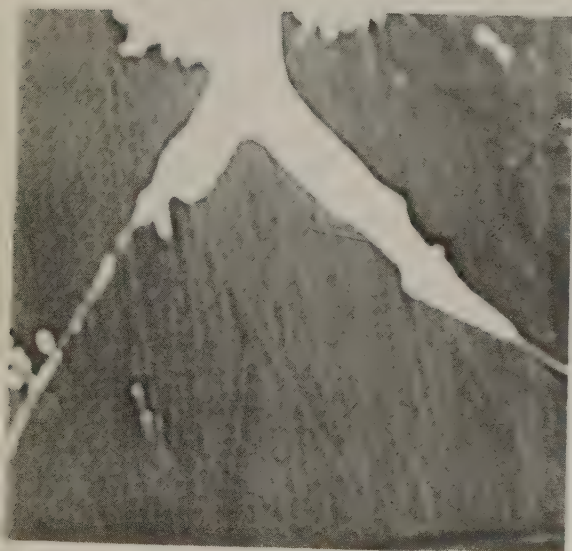


UA6 Ni 5

Photo 100

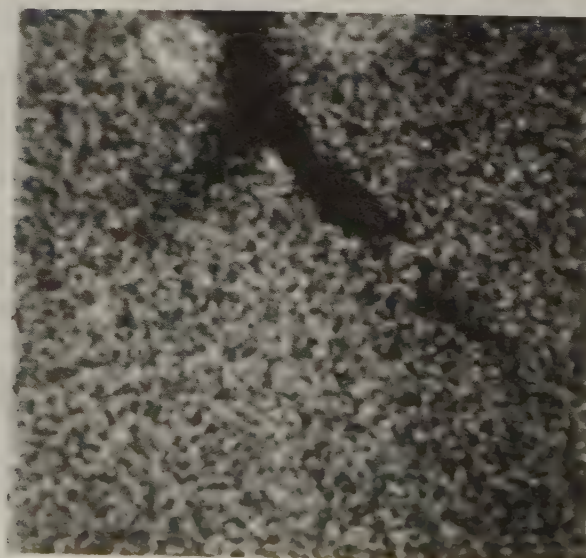
- 740

Cu



Al

Ni



Chapitre 6

CONCLUSION GENERALE

L'étude par microscopie électronique des configurations de dislocations a révélé, pour tous les alliages ternaires, des arrangements de dislocations "planaires". Les observations effectuées sur les alliages binaires confirment, elles, la limite suggérée par SWANN, entre 3 et 4 % en poids d'aluminium, en dessous de laquelle les dislocations se disposent en cellules.

Cependant, nous avons remarqué que l'alliage à 4 % (UA 4) d'aluminium pouvait aussi bien présenter des arrangements "cellulaires" que "planaires" (photographies 5, 11, 12, 20).

Nous avons également observé une fine précipitation du fer dans la phase α pour les alliages ternaires à 1 et 2 % de fer. Ces précipités, à symétrie sphérique, pourraient fort bien représenter des sites préférentiels pour une attaque électrochimique. Les alliages ternaires à 5 % de nickel présentent eux aussi une précipitation, sous la forme de plaquettes probablement de phase Ni-Al qui pourraient expliquer la présence de piqûres dans ces nuances.

Les mesures effectuées sur les noeuds et les rubans de dislocations ont confirmé la diminution de la valeur de l'énergie de faute d'empilement avec l'augmentation du pourcentage d'aluminium. Elles nous ont permis d'établir les variations de cette énergie avec la teneur d'un troisième élément ; elles font apparaître un minimum de l'énergie pour toutes ces additions et pour une teneur approximative de 2 % de l'élément.

Pour de faibles additions, c'est le nickel qui abaisse le plus cette énergie. Viennent ensuite, respectivement, le manganèse et le fer.

Cependant, la facilité au glissement dévié des dislocations, qui diminue avec l'énergie γ , est probablement peu modifiée par des additions de cet ordre, qui ne provoquent seulement que des variations de quelques ergs/cm².

C'est ce qui explique que nous n'ayons pas pu mettre en évidence, pour les Cu Al ternaires, la triple relation - arrangement et distribution des dislocations - énergie de défaut d'empilement - susceptibilité à la corrosion sous tension, proposée par SWANN et sur laquelle de nombreuses études ont été orientées.

Nos études de susceptibilité à la corrosion sous tension ne sont, en effet, pas assez précises pour pouvoir donner une loi bien rigoureuse.

Les alliages pour lesquels la variation d'énergie est la plus grande, c'est-à-dire ceux à forte addition, se sont révélés en fait les plus susceptibles à la fissuration et aux piqûres, ce qui semble en contradiction avec ce que propose SWANN. Il faut dire cependant que, pour de telles nuances, une précipitation transgranulaire intense favorise probablement une attaque préférentielle.

Bien que les études de perte de poids ne soient pas caractéristiques de la tenue d'un alliage à la corrosion sous tension, les résultats observés montrent cependant qu'une tension plus élevée est responsable d'une corrosion plus importante et que les effets d'un recuit sont discutables.

Elles nous ont également permis de constater l'influence de la composition chimique. Dans les alliages binaires, l'addition d'aluminium a tendance à améliorer la tenue à la corrosion et, dans les alliages ternaires, l'addition d'un quelconque élément à des teneurs inférieures à 3 % se révèle bénéfique. C'est bien sûr le nickel qui est le responsable des effets les plus spectaculaires. Nous en déconseillons toutefois une trop forte addition supérieure à 4 %. Le manganèse et le fer viennent ensuite, dans le même ordre que précédemment, pour l'influence sur l'énergie γ .

Les analyses des produits de corrosion et de la couche corrodée ont confirmé l'influence bénéfique de l'aluminium pour les binaires monophasés et, en particulier, du nickel pour les alliages ternaires. Elles permettent de vérifier l'action nocive du fer lorsqu'il se trouve à des teneurs importantes (4 %).

En définitive, si l'on admet une superposition possible des actions de chaque constituant, nous pouvons proposer des additions de fer et de manganèse jusqu'à 2 % et de nickel jusqu'à 4 %.

A. MOREAU, 1969, avait conclu de même sur les résultats d'une étude électrochimique que le nickel est de tous les éléments celui qui améliore le plus la tenue à la corrosion et que le fer et le manganèse à forts pourcentages diminuent la tenue de l'alliage.

Si nous n'avons pas mis clairement en évidence une relation : énergie de défaut d'empilement - susceptibilité à la corrosion sous tension, cela pourrait être du fait que la corrosion dépend de nombreux facteurs. Nous l'avons dit au chapitre 5, d'autres éléments comme le degré d'ordre à courte distance, ou le taux de réarrangement, interviennent également.

Cette étude nous a cependant permis de mieux connaître l'organisation interne du milieu cristallin des Cu Al, d'en déterminer un paramètre important, et de montrer l'influence des éléments d'additions sur la tenue des cuproaluminums à la corrosion sous tension.

Enfin, nous terminerons en signalant qu'il serait intéressant d'effectuer des études complémentaires afin de déterminer non seulement l'énergie de défaut d'empilement de façon plus rigoureuse, mais également sa variation en fonction de la température et du traitement thermique (Nous disposons depuis la rédaction de ce mémoire d'une nouvelle platine goniométrique qui permet des inclinaisons de $- 30^{\circ}$ à $+ 30^{\circ}$).

Quant aux études de corrosion sous tension, elles devraient être complétées :

- par des estimations de taux de fissuration et d'attaque, en fonction du temps et de la profondeur dans l'échantillon,
- par des essais de fissuration systématiques en atmosphère ammoniacale, en traction pure,
- et par une analyse de l'initiation et de la nucléation des fissures aux marches de glissement sur des monocristaux.

<><><>

BIBLIOGRAPHIE

- [1] D. ARNAUD - Fonderies 275 - Février 1969
- [2] BERNARD, PHILBERT,
TALBOT, MICHEL - Métallurgie générale - Masson et Cie éditeur,
1969
- [3] A.V. BOBYLEV - "Inter crystalline corrosion of metal under
stress" (J.A. LEVIN)
- [4] L.M. BROWN - Phil. Mag. 1964, tome 10
- [5] L.M. BROWN, A.R. THOELLEN - Disc. of the Faraday Soc. 1964, vol.38
- [6] L.M. CLAREBROUGH - Aust. J. Phys. 1971, tome 24, n°1
- [7] N. CLEMENT - Metaux Corrosion Indust. 1967, vol.500
- [8] P. COULOMB, N.GIBERT,
A. CLEMENT, A. COUJOU - "Physique des dislocations"
Colloque de la S.F.P. 1967 (P.U.F.)
- [9] DESESTRET - Publication privée
- [10] ENGELL - Corrosion - Anticorrosion, 1965, vol.13, n°7
- [11] J. FRIEDEL - "Dislocations" 1964 - Pergamon Press
- [12] F. GAILLARD - Thèse n°4, 1967, Paris
- [13] - Revue du Nickel, 1967, n°2
- [14] P.C.J. GALLAGHER - Metal. Trans. USA, 1970, vol.1, n°9
- [15] A. HACHE - Cours du C.E.L.C.C. Corrosion de l'acier par
l'eau de mer.
- [16] HASEGAWA, KARASHIMA - Metal. Trans. USA, 1970, vol.1, n°4
- [17] P.M. HAZZLEDINE - "Physique des dislocations"
Colloque de la S.F.P., 1967
- [18] HIRTH - Metal. Trans. USA, 1970, vol.1, n°9
- [19] P.B. HIRSCH, A. HOWIE,
R.B. NICKOLSON,
D.W. PASHLEY, M.J.WHELAN - "Electron microscopy of thin crystals"
London Butterworths, 1965
- [20] J. HOCKMAN, J. BOURRAT - Corrosion - Anticorrosion, 1965, vol.13, n°7
- [21] A. HOWIE, P.R. SWANN - Phil. Mag. 1961, n°6
- [22] A. HOWIE, U. VALDRE - Phil. Mag. 1963, n°8

- [23] T. IMURA, Y. ENOKIDO - J. Phys. Soc. Japan, 1969, vol.26, n°3
- [24] B. JOUFFREY, A. DANIEL,
B. ESCAIG - "Physique des dislocations"
Colloque S.F.P., 1967, (P.U.F.)
- [25] S. KARASHIMA, H. OIKAVA,
T. OGURA - Trans. Jap. Inst. Metals, 1968, vol.9, n°3
- [26] F. KROUPA - "Physique des dislocations"
Colloque de la S.F.P. 1967 (P.U.F.)
- [27] Y. LIBERT, A. HACHE - Corrosion - Anticorrosion, 1965, vol.13, n°8
- [28] L. LOGAN - "The stress corrosion of Metals"
John Wiley and son's (New York) chap. 1 et 5
- [29] E. MOR, V. SCOTTO,
A. TRAVIS - Corrosion, 1970, vol.18, n°2
- [30] L. MOREAU - Cours du C.E.L.C.C., n°57
- [31] A. MOREAU - Thèse NANTES, 1969
- [32] Y. MURAKAMI, Y. IKAI - Trans. J. Inst. Metals, 1967, vol.8, n°4
- [33] L.E. MURR - Thin Solid Films, 1969, vol.4, n°6
- [34] T.V. NORDSTROM,
C.R. BARRET - Acta Metallurgica, 1969, vol.17, n°2
- [35] J. NUTTING - 8e Colloque de Métallurgie CEA. Cadarache 1964
- [36] A. ORLOVA, M. PAHUTOVA,
J. CADEK - Phil. Mag. 1971, vol.23, n°182
- [37] C.S. PANDE - Phys. Stat. Sol. 1970, vol.37, n°1
- [38] C.S. PANDE,
P.M. HAZZLEDINE - Phil. Mag. 1971, vol.24, n°191
- [39] R.N. PARKINS - Metal. Reviews, 1964, vol.9, n°35
- [40] M. POUILLARD - Corrosion - Anticorrosion, 1963, vol.11, n°7 & 8
- [41] A. RONNQUIST - Corrosion - Anticorrosion, 1966, vol.14, n°1
- [42] A.W. RUFF - Metal. Trans. USA, 1970, vol.1, n°9
- [43] G. SAADA - "Microscopie électronique des lames minces"
1966 (MASSON)
- [44] A.V.A. SAARINEN - Acta. Polyt. Scand. Chem. Ind. Metal, 1968, vol.177
- [45] L.O. SALONEN,
J.P. KAJAMAA,
A.V.A. SAARINEN - Z. Metallkde. Dtsch, 1969, vol.60, n°10
- [46] SCATTERGOOD, BEVER - Phil. Mag. 1970, septembre

- | 47 | P.R. SWANN - Corrosion, 1963, vol.19
- | 48 | P.R. SWANN,
J.D. EMBURY - High Strength Mater, 1965
- | 49 | P.R. SWANN, J. NUTTING - J. of the Inst. Metals, 1959-1960, vol.88
- | 50 | - J. of the Inst. Metals, 1961-1962, vol.90
- | 51 | J. TALBOT - Contrat D.G.R.S.T.
- | 52 | TISONE, BRITAIN,
MESHII - Phys. Stat. Sol., 1969, vol.36, n°2
- | 53 | N. TAKAHASASHI,
T. SHIMIZU - J. Microscopie, 1969, vol.8
- | 54 | M. TAKANO,
S. SHIMODAIRAI - Corrosion Science, G.B. 1968, vol.8, n°2
- | 55 | B.J. THOMAS - Thèse 1968, Paris
- | 56 | - Note intérieure IRSID, St Germain en Laye (78)
- | 57 | K.C. THOMAS,
R. STICKLER, R.J. ALLIO - Corrosion Science, 1965, vol.5, n°1
- | 58 | J. WEERTMAN,
J.R. WEERTMAN - "Théorie élémentaire des dislocations" 1970
(MASSON)
- | 59 | J.M. WEST,
R.W.K. HONEYCOMBE - Corrosion et Anticorrosion, 1965, vol.13, n°8
- | 60 | J. WASHBURN, Th. GASS - "Physique des dislocations"
Colloque de la SFP, 1967
- | 61 | M.J. WHELAN - Proc. Roy. Soc., 1959, A 249
- | 62 | M.J. WHELAN, P.B. HIRSCH,
R.W. HORNE, W. BOLMAN - Proc. Roy. Soc., 1957, A 240.

